

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»

**ХІМІЧНЕ ПЕРЕРОБЛЕННЯ НЕДЕРЕВНОЇ СИРОВИНИ.
ВИБРАНІ РОЗДІЛИ
ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ. Ч.2**

*Рекомендовано Методичною радою КПІ ім. Ігоря Сікорського
як навчальний посібник для студентів,
які навчаються за спеціальністю 161 «Хімічні технології та інженерія»,
освітньо-професійною програмою «Хімічні технології переробки деревини
та рослинної сировини»*

Київ

КПІ ім. Ігоря Сікорського
2020

**Хімічне перероблення недеревної сировини. Вибрані розділи
Лабораторний практикум. Ч.2** [Текст]: навч. посіб. для студ. спеціальності 161
«Хімічні технології та інженерія», освітньо-професійної програми «Хімічні
технології переробки деревини та рослинної сировини»/ КПП ім. Ігоря
Сікорського; уклад.: Р.І. Черьопкіна, І.В. Трембус, В.А. Барбаш, І.М. Дейкун. Київ:
КПП ім. Ігоря Сікорського, 2020. – 61 с.

*Гриф надано Методичною радою КПП ім. Ігоря Сікорського (протокол №8 від 09.04.2020.)
за поданням Вченої ради інженерно-хімічного факультету (протокол №2 від 24.02.2020)*

Навчальне видання

**ХІМІЧНЕ ПЕРЕРОБЛЕННЯ НЕДЕРЕВНОЇ СИРОВИНИ.
ВИБРАНІ РОЗДІЛИ
ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ. Ч.2**

Рецензент: *Чигиринець О. Е. Доктор технічних наук, професор,
ХТФ, каф. Фізичної хімії, КПП ім. Ігоря Сікорського*

Відповідальний
редактор *Бутченко Л.І., канд. техн. наук, доц.*

Укладачі: *Черьопкіна Романія Іванівна, канд. техн. наук, доц.
Трембус Ірина Віталіївна, канд. техн. наук, ст. викл.
Барбаш Валерій Анатолійович, канд. хім. наук, проф.
Дейкун Ірина Михайлівна, канд. техн. наук, доц.*

Навчальний посібник призначений для студентів денної та заочної форми навчання, які вивчають дисципліну «Хімічне перероблення недеревної сировини» та вміщує теоретичні відомості про органосольвентний спосіб варіння, проведення органосольвентних варінь в лабораторних умовах, приготування та аналіз розчинів, аналіз технічної целюлози, підготовку проб до визначення фізико-механічних показників.

Лабораторний практикум призначений для студентів спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», освітньо-професійної програми «Хімічні технології переробки деревини та рослинної сировини».

© КПП ім. Ігоря Сікорського, 2020

ВСТУП

Нині у всьому світі волокнисті напівфабрикати отримують, в основному, традиційним сульфатним способом та, у невеликих об'ємах, сульфідними способами, які базуються на використанні сірчистих сполук. За рахунок цього, а також у зв'язку з великими масштабами виробництва целюлози, в навколишнє середовище щорічно надходять мільйони тонн сірки у вигляді таких шкідливих сполук, як сірководень, органічні сульфіді, сірчистий ангідрид та інші. Зменшити негативний вплив целюлозно-паперових підприємств на навколишнє середовище можливо за рахунок вдосконалення традиційних та розробки нетрадиційних екологічно безпечних способів варіння. До нетрадиційних способів відносять дослідження різних нових способів варіння з використанням специфічних хімічних реагентів, які базуються на відомих принципах делігніфікації рослинної сировини.

В останні роки інтерес до нетрадиційних екологічно безпечних способів варіння целюлози у багатьох країнах поступово зростає. Насамперед, із-за наявності простої та ефективної схеми регенерації хімікатів; багаторазового використання відпрацьованого варильного розчину; утилізації розчинених компонентів рослинної сировини; відсутності сірковмісних викидів. Важливими вимогами до нових варильних процесів повинна бути конкурентноспроможність у порівнянні з традиційними способами варіння целюлози. Основними критеріями оцінки перспективності нової технології є екологічна безпека процесу, якість продукції, економічна доцільність виробництва.

Недеревні види рослинної сировини, які використовуються в целюлозно-паперовій промисловості, характеризуються різноманітним складом цінних та малоцінних морфологічних частин. Однак, сучасна целюлозно-паперова галузь має всі необхідні технічні можливості та технологічні засоби для ефективного перероблення цієї специфічної сировини на волокнисті напівфабрикати.

РОЗДІЛ 4

ОРГАНОСОЛЬВЕНТНИЙ СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЦЕЛЮЛОЗИ

4.1 Загальна схема виробництва

Перші наукові дослідження з одержання целюлози органічними розчинниками були проведені ще в 30-х роках XX століття. Варіння з органічними розчинниками, або органосольвентні варіння (*від англ. Organic solvent – органічний розчинник*), можуть проводитись без допоміжних мінеральних реагентів.

До переваг органосольвентних способів відносять:

- виключення із циклу виробництва токсичних сірковмісних сполук у процесі варіння целюлози;
- здатність переходу на способи вибілювання з майже повним (ECF) або повним (TCF) виключенням хлормісних сполук;
- проведення процесу делігніфікації в м'яких умовах з одержанням якісної целюлози;
- спрощення регенерації варильних розчинів, які не містять значної кількості мінеральних речовин;
- можливість створення замкнених процесів без забруднення навколишнього середовища шкідливими викидами;
- можливість відносно низьких капіталовкладень і забезпечення рентабельності підприємств малої та середньої потужності.

Більшість варінь з використанням органічних розчинників проводиться у водно-органічному середовищі з використанням бінарних водно-органічних сумішей. Розчинники, які використовуються для делігніфікації, відносяться до різних класів органічних сполук (одноатомні і багатоатомні спирти, феноли, карбонові кислоти, прості і складні ефіри, кетони, аміни, сульфоксиди) і значно відрізняються за своїми властивостями та характером взаємодії з компонентами рослинної сировини. Класифікацію органосольвентних способів варіння наведено на рис. 1.

Для органосольвентних варінь з усіх органічних кислот найчастіше використовують ацетатну і форміатну кислоти, які забезпечують високий вихід технічної целюлози. Окиснювальні варіння проводять у водному, лужному або кислому середовищах. В якості окисників використовують молекулярний кисень, пероксид водню або азотну кислоту різної концентрації.

Більш перспективним є поєднання двох процесів – **органосольвентного та окиснювального**, в цьому випадку процес делігніфікації здійснюється органічними надкислотами.



Рисунок 1 – Класифікація способів органосольвентних варінь

Надкислоти утворюються в процесі взаємодії органічної кислоти з пероксидом водню і є селективними окисниками лігніну. Окиснювально-органосольвентні способи делігніфікації мають всі переваги органосольвентних і окиснювальних способів, що дозволяє проводити процес за атмосферного тиску і температури нижче 100 °С, а також отримувати целюлозу, яка не потребує додаткового вибілювання.

У даний час найбільш дослідженим варіантом варінь з використанням пероксокарбонів є спосіб MİLOX, розроблений в Фінляндії. Назва способу MİLOX походить від складу декількох перших букв двох із трьох англійських слів «milieu pure oxidative» (чисте окисне середовище), відображаючи мету та сутність цього способу.

В окиснювально-органосольвентному способі варіння технологічний цикл включає наступні основні стадії: підготовка розчину для варіння, підготовка сировини у вигляді трісок або січки з однорічних рослин, варіння рослинної сировини за один (для недревної рослинної сировини), два чи три (для деревної сировини) ступені, промивання отриманої целюлозної маси, регенерація відпрацьованого варильного розчину і промивних вод, сортування і очищення отриманої целюлози, сушіння целюлози.

Підготовлена сировина подається на варіння у варильний реактор чи апарати безперервної дії. У процесі окиснювально-органосольвентного варіння активна частина варильного розчину у вигляді пероксосполук взаємодіє з лігніном, окиснюючи його. Вуглеводи (целюлоза і геміцелюлози) практично не піддаються деструкції, забезпечуючи високий вихід волокнистого напівфабрикату.

Технічна целюлоза залишається в нерозчинному стані, розпадається на окремі волокна і є кінцевим продуктом варіння. Зварену масу промивають водою для відділення технічної целюлози від варильного розчину. Промита целюлоза підлягає сортуванню і очищенню з метою видалення непроварених сучків, колінець, пучків та довгих волокон.

Відпрацьований варильний розчин містить органічні речовини, в основному низькомолекулярні фрагменти лігніну, смоли, жири, воски, ацетатну кислоту і воду. **Основні активні агенти – пероцтова кислота і пероксид водню використовуються в процесі варіння і не підлягають регенерації.** Відпрацьований розчин звільняється від розчинних органічних речовин та направляється на регенерацію ацетатної кислоти.

4.2 Розчинники для органосольвентних способів

Розчинник у процесі окиснювальної делігніфікації є одночасно середовищем і хімічним агентом. Варіння целюлози повинно забезпечити делігніфікацію рослинного матеріалу. На цей процес впливають різні морфологічні, фізико-хімічні та хімічні фактори. Особливістю хімічних реакцій, що призводять до делігніфікації є те, що це гетерогенні реакції високомолекулярних сполук, в яких важливу роль відіграє доступність реакційних центрів в структурі полімеру. Розчинник здатний впливати на комплекс всіх процесів, які призводять до видалення лігніну. Змінюючи за допомогою органічних розчинників склад і властивості варильного середовища, можна впливати на ступінь набухання і релаксаційні характеристики полімерних компонентів клітинної стінки, на розчинність продуктів делігніфікації, на процеси масопереносу і протікання хімічних реакцій.

Сучасні знання з теорії розчинів не дозволяють прогнозувати вплив природи розчинників на набухання і розчинення полімерів. Особливо це стосується сумішей розчинників, одним з найважливіших переваг яких є більш висока розчинна здатність відносно речовин, що погано розчиняються або зовсім нерозчинних в окремих розчинниках. У рослинній сировині ситуація ускладнюється тим, що різні за природою полімери – лігнін і полісахариди розподілені в клітинній стінці з утворенням взаємопроникних полімерних сіток, з'єднаних хімічними зв'язками і силами міжмолекулярної взаємодії. Ці полімерні сітки поведуться по-різному в ході контакту з розчинником. Так, рослинна сировина в деяких органічних розчинниках набухає значно гірше, ніж у воді, але у випадку додавання окремих з

них до води (наприклад, етанолу або ацетону) ступінь набухання зростає в порівнянні з чистою водою. Це можна пояснити зміною структури чистих рідин в ході утворення сумішей з водою і селективним набуханням полімерів сировини в компонентах суміші.

Зазвичай для оцінки розчинної здатності розчинників по відношенню до полімерів використовують параметр розчинності, значення якого визначається енергією міжмолекулярної взаємодії в даному розчиннику. Максимальна розчинна здатність спостерігається для розчинників з параметром розчинності близько $11 \text{ (кал/см}^3\text{)}^{0.5}$ [$22,5 \text{ (Дж/см}^3\text{)}^{0.5}$]. При цьому, чим більше відрізняється параметр від цього значення, тим більше повинен бути деструктований лігнін для переходу в рідку фазу.

Взаємодія розчинника з речовиною, яка розчиняється, призводить до сольватації цієї речовини молекулами розчинника, при цьому важливим є не тільки енергія міжмолекулярної взаємодії, але і її природа. У параметрах розчинності зазвичай виділяють складові, пов'язані з полярною взаємодією, дисперсійною взаємодією і водневим зв'язком. Для оцінювання розчинної здатності слід враховувати не тільки значення параметра розчинності, але і внесок в це значення окремих складових. Для розчинників лігніну важливу роль відіграють полярна взаємодія і утворення водневих зв'язків. Полярність розчинників зазвичай оцінюють за діелектричною проникністю, значення якої для індивідуальних розчинників може сильно відрізнятися (від 2 до 180).

У лужних процесах делігніфікації утворюються фрагменти лігніну в сольовій формі і вода, як протонний розчинник з високою діелектричною проникністю розчиняє ці фрагменти лігніну. Введення органічного розчинника у варильне середовище змінює його діелектричну проникність і в'язкість, впливає на процеси сольватації і, отже, змінює розчинність лігніну і швидкість транспортних процесів у середовищі.

4.3 Проведення окисно-органосольвентного варіння в лабораторних умовах

Вихідні реактиви: досліджувана рослинна сировина, гідроген пероксиду водню, сульфатна кислота, калій перманганат, натрій гідроксид, натрій тіосульфат, калій йодид, крохмаль, дистильована вода.

Прилади і посуд: піпетки, бюретки, мірні колби, циліндри, трьохгорла колба, зворотний холодильник, швидкохідна мішалка, водяна баня, електрична плитка.

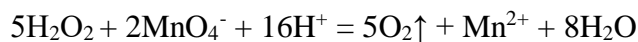
Хід роботи

Для отримання рівноважної пероксиацетатної кислоти заданої концентрації необхідно розрахувати кількість всіх реагентів, які входять до складу варильного розчину. Для цього проводять аналіз вихідних розчинів.

Аналіз вихідних хімікатів для приготування варильних розчинів. Приготування і аналіз розчинів

Визначення масової частки гідроген пероксиду (H_2O_2)

Визначення ґрунтується на реакції:



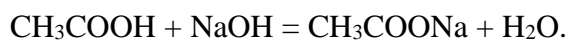
Визначення масової частки H_2O_2 у водному розчині проводять перманганатнометричним методом. Піпеткою відбирають 1 мл аналізованого розчину гідроген пероксиду, переносять у мірну колбу на 100 мл і доводять до позначки дистильованою водою. З отриманого розчину піпеткою відбирають аліквоту 10 мл і переносять у колбу для титрування, додають 1 мл 2 н. розчину H_2SO_4 і 30 мл дистильованої води. Отриману суміш титрують 0,1 н. розчином калій перманганату до появи стійкого рожевого забарвлення. Масову частку X (H_2O_2), г/л гідроген пероксиду розраховують за формулою

$$X_{H_2O_2} = \frac{V_{KMnO_4} \cdot N_{KMnO_4} \cdot mE \cdot 100 \cdot 1000}{V_{PP}}, \text{ г / л}$$

де: V_{KMnO_4} – об'єм розчину $KMnO_4$, витраченого на титрування проби, мл;
 N_{KMnO_4} – нормальність калій перманганату (0,1 н);
 mE – міліеквівалент гідроген пероксиду (0,017 мг/моль);
 V_{PP} – об'єм проби, що відібрана для титрування (10 мл).

Визначення масової частки ацетатної кислоти

Визначення масової частки ацетатної кислоти у водному розчині льодяної ацетатної кислоти проводять прямим титруванням розчином натрій гідроксиду за реакцією:



З аналізованого розчину ацетатної кислоти відбирають піпеткою 1 мл, який переносять у мірну колбу на 100 мл і доводять об'єм до позначки дистильованою водою. З отриманого розчину піпеткою відбирають 10 мл і, перенісши в колбу для титрування, туди ж добавляють 10 мл дистильованої води та 3 – 5 крапель розчину фенолфталеїну. Суміш титрують 0,1 н розчином натрій гідроксиду до появи стійкого рожевого забарвлення.

Масову частку ацетатної кислоти (X_{CH_3COOH} , г/л) розраховують за формулою:

$$X_{CH_3COOH} = \frac{V_{NaOH} \cdot N_{NaOH} \cdot mE \cdot 100 \cdot 1000}{V_{PP}}, \text{ г / л}$$

де: V_{NaOH} – об'єм розчину NaOH, витрачено на титрування проби, мл;

N_{NaOH} – нормальність натрій гідроксиду (0,1 н);

mE – міліеквівалент ацетатної кислоти (0,06005 мг/моль);

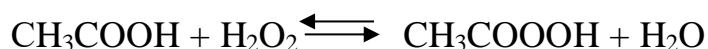
V_{PP} – об'єм проби, взятої на титрування (10 мл).

Отримання рівноважної пероксоацетатної кислоти (рПАК)

Рівноважну пероксоацетатну кислоту отримують шляхом змішування льодяної ацетатної кислоти (не менше 96,0%) з гідроген пероксидом (33,0 – 35,6%) за температури $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Співвідношення ацетатної кислоти і гідроген пероксиду водню підтримується у співвідношенні 1,5:1, яке забезпечує отримання целюлози з кращими показниками.

В якості каталізатора використовують концентровану сульфатну кислоту.

Рівноважна реакція:



Молярні маси, г/моль,	60	34	76	18
-----------------------	----	----	----	----

Приклад. Нехай необхідно отримати 250 г пероксоацетатної кислоти (рПАК).

Теоретична кількість ацетатної кислоти $m_{\text{CH}_3\text{COOH}}$, яка необхідна для отримання 250г рПАК становить:

$$m_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{60 \cdot 250}{76} = 197,4\text{г}.$$

У випадку еквімолярних кількостей реагентів (1 : 1) необхідно 197,4 г ацетатної кислоти, а за надмірного співвідношення 1,5 : 1 кількість ацетатної кислоти складе:

$$m_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 197,4 \times 1,5 = 296,1 \text{ г}.$$

Об'єм розчину ацетатної кислоти ($V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$, мл) розраховується з урахуванням його густини і масової частки:

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{m_{\text{CH}_3\text{COOH}} \cdot 100}{X_{\text{CH}_3\text{COOH}} \cdot \rho_{\text{CH}_3\text{COOH}}},$$

де $\rho_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ – густина ацетатної кислоти (1,06 г/см³);

$X_{\text{CH}_3\text{COOH}}$ – масова частка ацетатної кислоти, взята з довідника залежно від її густини, наприклад, (96,0%).

Для розрахунку необхідної кількості гідроген пероксиду скористаємося аналогічними співвідношеннями:

$$m_{H_2O_2} = \frac{34 \cdot 250}{76} = 111,82.$$

Об'єм гідроген пероксиду ($V_{H_2O_2}$, мл) розраховується з урахуванням густини і масової частки розчину:

$$V_{H_2O_2} = \frac{m_{H_2O_2} \cdot 100}{X_{H_2O_2} \cdot \rho_{H_2O_2}},$$

де: $\rho_{H_2O_2}$ – гідросен пероксиду (1,136 г/см³);

$X_{H_2O_2}$ – масова частка гідроген пероксиду, визначена шляхом титрування калій перманганатом, наприклад, (35,6%).

Маса сульфатної кислоти становить 2% від маси гідроген пероксиду і ацетатної кислоти:

$$m_{H_2SO_4} = (296,1 + 111,8) \times 0,02 = 8,16 \text{ г.}$$

Об'єм сульфатної кислоти ($V_{H_2SO_4}$, мл) розраховується з урахуванням густини і масової частки розчину:

$$V_{H_2SO_4} = \frac{m_{H_2SO_4} \cdot 100}{X_{H_2SO_4} \cdot \rho_{H_2SO_4}},$$

де: $\rho_{H_2SO_4}$ – густина сульфатної кислоти (1,811 г/см³);

$X_{H_2SO_4}$ – масова частка сульфатної кислоти, взята з довідника, залежно від її густини, наприклад, (95,4%).

Необхідний об'єм ацетатної кислоти відміряють циліндром і переносять у колбу на 500мл. У цю ж колбу додають необхідну кількість сульфатної кислоти, об'єм якої відбирають піпеткою. Після перемішування до отриманої суміші з бюретки по краплях додають необхідний об'єм гідроген пероксиду.

По закінченні додавання суміш перемішують та залишають на 24 год за кімнатної температури. Отриману рПАК зберігають у холодильнику. Перед використанням рПАК аналізують.

Аналіз рівноважної пероксоацетатної кислоти

Метод 1. У готовій композиції рПАК визначають масову частку пероксоацетатної кислоти та гідроген пероксиду.

З аналізованого варильного розчину рПАК піпеткою відбирають 1 мл, переносять у мірну колбу на 100 мл і доводять до позначки дистильованою водою та перемішують.

З отриманого розчину піпеткою відбирають у колбу для титрування 10 мл, туди ж додають 1 мл 2 н сульфатної кислоти H_2SO_4 і 30 мл дистильованої води. Отриману суміш титрують 0,1 н розчином калій перманганату $KMnO_4$ до слабкого рожевого забарвлення (V_1).

Після цього додають 1 шпатель сухого калій йодиду KJ і 5 мл 0,5%-го розчину крохмалю і титрують 0,1 н розчином натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$ до повного знебарвлення (V_2).

Масову частку гідроген пероксиду ($X_{H_2O_2}$, г/л) розраховують за формулою:

$$X_{H_2O_2} = \frac{V_1 \cdot N_1 \cdot mE_1 \cdot 100}{V_{PP} \cdot 10 \cdot \rho},$$

де

V_1 – об'єм калій перманганату, витраченого на титрування проби, мл;

N_1 – нормальність калій перманганату (0,1 н);

mE_1 – міліеквівалент гідроген пероксиду (0,017 мг/моль);

V_{PP} – об'єм проби, взятої на титрування (1 мл);

ρ – густина H_2O_2 , г/см³.

Масову частку рПАК ($X_{ПАК}$, г/л) розраховують за формулою:

$$X_{ПАК} = \frac{V_2 \cdot N_2 \cdot mE_2 \cdot 100 \cdot 1000}{V_{PP} \cdot 10 \cdot \rho},$$

де

V_2 – об'єм натрій тіосульфату, витраченого на титрування проби, мл;

N_2 – нормальність натрій тіосульфату (0,1 н);

mE_2 – міліеквівалент ацетатної кислоти (0,038 мг/моль);

V_{PP} – об'єм проби, взятої на титрування (1 мл);

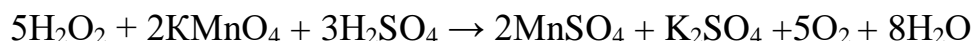
ρ – густина рПАК, г/см³.

Метод 2.

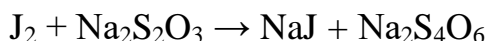
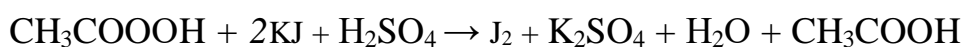
З аналізованого варильного розчину рПАК піпеткою відбирають 1 мл, переносять у мірну колбу на 100 мл і доводять до позначки дистильованою водою та перемішують.

З отриманого розчину піпеткою відбирають у колбу для титрування 15 мл розбавленого розчину, туди ж додають 10 мл 1%-ої сульфатної кислоти H_2SO_4 і титрують гідроген пероксид

0,1 н розчином калій перманганату $KMnO_4$ до слабого рожевого забарвлення (V_1), відповідно до реакції, що відбувається:



Потім до цієї проби додають 15 мл 2% KJ і титрують йод, що виділився 0,1 н розчином натрій тіосульфату $Na_2S_2O_3$ до слабо-жовтого забарвлення розчину; додають розчин крохмалю і продовжують титрування до переходу розчину з темно-синього до знебарвлення, відповідно до реакції:



Масові долі в розчині гідроген пероксиду H_2O_2 та перексоацетатної кислоти (рПАК), (%) розраховують за формулами:

$$H_2O_2 = \frac{V_1 \cdot 0,0017 \cdot 100 \cdot 100}{15}, \%$$

$$ПАК = \frac{V_2 \cdot 0,0038 \cdot 100 \cdot 100}{15}, \%$$

де V_1 – об'єм калій перманганату, витраченого на титрування проби, мл;
 V_2 – об'єм натрій тіосульфату, витраченого на титрування проби, мл;
0,017 – міліеквівалент гідроген пероксиду, мг/моль;
0,038 – міліеквівалент ацетатної кислоти, мг/моль.

Отриманий розчин перексоацетатної кислоти для проведення делігніфікації розбавляють до необхідної концентрації.

Загальні правила та умови проведення лабораторного варіння

Варіння проводять у скляній термостійкій трьохгорловій колбі оснащений зворотним холодильником, мішалкою та контактним термометром (рис. 2). У колбу завантажують 8 г абс. сух. сировини, заливають необхідним об'ємом рПАК відповідно до гідромодуля 10:1 і витратою до маси абс. сух. сировини. Включають зворотний холодильник, мішалку і контактний термометр. Початок варіння фіксують з моменту досягнення температури 90°C.

Тривалість варіння за температури 90°C складає 90 хв. По закінченні процесу варіння колбу охолоджують, целюлозну масу вивантажують вимиванням.

Промивають масу проточною і дистильованою водою до нейтрального рН елюату, віджимають, сушать і аналізують.

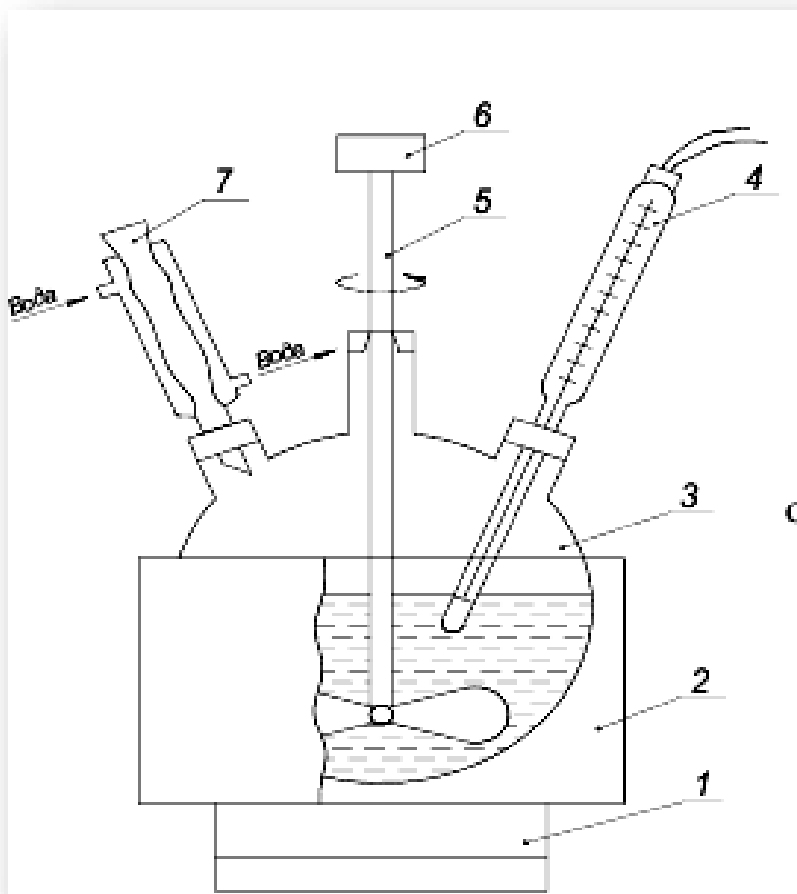


Рисунок 2 – Установка для отримання целюлози окисно-органосольвентним способом: 1 – електрична плитка; 2 – водяна баня; 3 – трьохгорлова колба; 4 – контактний термометр; 5 – мішалка; 6 – мотор мішалки; 7 – зворотний холодильник

Розрахунок витрати рПАК для одержання целюлози

У цілому витрати основного варильного агента рПАК у ході окисно-органосольвентного варіння вищі, ніж у процесі традиційних способів варіння. Так, витрати активного лугу за сульфатного варіння становлять від 10 до 24% від маси абс. сух. сировини (або 0,1 – 0,24 г/г до маси абс. сух. сировини) залежно від вимог до якості технічної целюлози, яку одержують. У ході окисних варінь витрати ВПАК становлять 0,4 – 1,6 г/г від абс.сух. сировини і багато в чому визначаються якістю та видом сировини, яку використовують.

Для проведення дослідних варінь у лабораторних умовах необхідно задатися наступними параметрами варіння:

- вид і кількість сировини, що піддається варінню, г;
- витрати рПАК (на основі проведеного аналізу), мл;
- гідромодуль варіння (ГМ);
- температура та тривалість варіння.

Приклад. Для варіння взято 8 г недеревної рослинної сировини у вигляді соломи пшениці, витрати $V_{\text{ПАК}}$ до маси абс. сух. сировини (а.с.с.) задано 0,4 г/г, масова частка $X_{\text{ПАК}}$, визначена в ході аналізу ($X_{\text{ПАК}}$), дорівнює 16%, тоді для варіння необхідно взяти $m_{\text{ПАК}}$ у кількості:

$$m_{\text{ПАК}} = m_{\text{а.с.с}} V_{\text{ПАК}} = 8 \times 0,4 = 3,2 \text{ г},$$

де $m_{\text{ПАК}}$ – маса ПАК, г;
 $m_{\text{а.с.с}}$ – маса абсолютно-сухої сировини, г;
 $V_{\text{ПАК}}$ – витрати ПАК, г.
або:

$$V_{\text{ПАК}} = \frac{100 \cdot m_{\text{ПАК}}}{X_{\text{ПАК}}} = \frac{100 \cdot 3,2}{16} = 20 \text{ мл}.$$

де $V_{\text{ПАК}}$ – об'єм ПАК, мл;
 $m_{\text{ПАК}}$ – маса ПАК, г;
 $X_{\text{ПАК}}$ – масова частка ПАК, %.

РОЗДІЛ 5

АНАЛІЗ ТЕХНІЧНОЇ ЦЕЛЮЛОЗИ

Аналіз технічної целюлози, отриманої традиційними способами та органосольвентним способом із недеревної рослинної сировини (деревини), проводять із використанням наступних стандартних методик.

5.1 Визначення вологості технічної целюлози (ГОСТ 16932)

Визначення вологості **технічної целюлози** висушуванням – метод простий, добре відтворюється і досить точний для більшості випадків, але відносно умовний.

Сушіння може супроводжуватися окисненням компонентів целюлози, в результаті чого збільшується її маса за рахунок приєднання кисню.

Аналіз, зазвичай, проводять висушуванням наважки (біля 5 г) целюлози, яку розривають на шматочки в бюксі (скляному або алюмінієвому) до постійної маси за температури 100 – 105°C. За температури нижче 100 °C видалення води може бути не повним, а за температури вище 105 °C можлива деградація компонентів, що призводить до втрати маси. Висушування найкраще проводити в широких низьких бюксах, які забезпечують вільний доступ повітря до матеріалу. Можна використовувати також алюмінієві бюкси з щільними кришками; які швидко охолоджуються і мають меншу масу, ніж скляні.

Для сушіння проб застосовуються найчастіше звичайні лабораторні сушильні шафи з терморегулятором. У шафу з висушеними зразками не можна поміщати нові наважки, оскільки це підвищує вміст у шафі водяної пари.

Хід роботи. Чистий порожній бюкс (разом з кришкою) у відкритому вигляді висушують у сушильній шафі за температури $103 \pm 2^\circ\text{C}$ до постійної маси, охолоджують в ексикаторі з безводним кальцій хлористим і зважують (з точністю до 0,0002 г). Беруть наважку близько 5 г целюлози (з точністю до 0,0001 г) і поміщають в бюкс. Сушать бюкс із наважкою за температури $103 \pm 2^\circ\text{C}$ протягом 3 – 4 год, потім, щільно закривши бюкс кришкою (перед тим, як вийняти його із сушильної шафи), охолоджують в ексикаторі і зважують. Перед зважуванням кришку бюкса на короткий час відкривають, щоб зрівняти тиск повітря. Повторюють висушування впродовж 1 год з подальше зважування до тих пір, поки не буде досягнута постійна маса.

Розрахунок вмісту води у зразку (W , %) (відносна вологість сировини, %) розраховують за наступною формулою:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100$$

де m – маса пустого бюкса (з кришкою), г;
 m_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;
 m_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г.

Іноді розраховують не вологість, а сухість зразка. У випадку виконання аналізів складу целюлози для розрахунку вмісту у взятій наважці абсолютно сухого матеріалу зручно користуватися коефіцієнтом сухості матеріалу. **Коефіцієнт сухості повітряно сухої целюлози визначають як відношення маси абсолютно сухого матеріалу і матеріалу до висушування:**

$$K_{\text{сух}} = \frac{100 - W}{10} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m},$$

Щоб знайти масу абсолютно сухого матеріалу ($m_{\text{а.с.}}$), необхідно величину повітряно-сухої наважки ($m_{\text{п.с.}}$), помножити на коефіцієнт сухості ($K_{\text{сух}}$):

$$m_{\text{а.с.}} = m_{\text{п.с.}} \times K_{\text{сух}}$$

5.2 Визначення рівномірності проварювання целюлози

Одним з різновидів гістохімічного аналізу целюлозних волокон є визначення рівномірності проварювання целюлози. Метод базується на мікроскопічному дослідженні препаратів волокон целюлози, забарвлених специфічними хімічними реагентами, що взаємодіють з лігніном: 2%-м водним розчином малахітового зеленого, підкисленим декількома краплями концентрованої ацетатної кислоти, і 2%-м водним розчином конго червоного. Ця методика найбільш придатна для **целюлози середньої жорсткості**. Рівномірність проварювання **м'якої целюлози** визначають за інтенсивністю червоного кольору, що з'являється в результаті забарвлення волокон азодиметиланіліном. Даний метод менш точний і рідко застосовується.

Рівномірність проварювання визначають колористичним методом за різним забарвленням волокон, що мають неоднаковий ступінь проварювання. Підрахунок волокон проводять за допомогою мікроскопу.

Невеликий зразок целюлози поміщають на предметне скло, змочують його водою, розщеплюють препарувальними голками на волокна і висушують фільтрувальним папером. Потім волокна протягом 2 хв забарвлюють декількома краплями розчину малахітового зеленого. Забарвлені волокна переносять на ситечко, промивають водою від надлишку барвника до безбарвних промивних вод, віджимають препарувальними голками і знову переносять на предметне скло, де знову висушують фільтрувальним папером. Після цього на целюлозу наносять кілька крапель розчину конго червоного. Фарбування проводять протягом

2 хв, знову волокна переносять на ситечко, промивають і віджимають. Із забарвлених волокон готують препарати і досліджують їх під мікроскопом за малого збільшення (приблизно в 50 разів).

Про рівномірність проварювання свідчить забарвлення волокон. У нерівномірно провареній целюлозі волокна мають рожеве та зелене забарвлення. У рівномірно провареній целюлозі забарвлення волокон проміжне: рожеві волокна місцями пофарбовані в зелений колір, зелені волокна – в рожевий. Чим однорідніше і м'якше проварена целюлоза, тим блідніше забарвлення рожевих і зелених волокон – добре проварені волокна забарвлюються у рожевий колір, слабо проварені – у зеленувато-рожевий (оливковий) колір, погано проварені – у зелений). Рівномірність проварювання визначають підрахунком волокон, забарвлених у зазначені кольори, і виражають вміст волокон кожного кольору у відсотках по відношенню до загальної кількості волокон. Підраховують кількість волокон у 10 – 12 полях зору і за середніми даними всіх спостережень отримують рівномірність проварювання.

5.3 Визначення масової частки лігніну (ГОСТ 11960)

Метою роботи є визначення масової частки лігніну у волокнистих напівфабрикатах та сировині з однорічних рослин за рахунок їх гідролізу сумішшю сульфатної та фосфатної кислот.

Хід роботи. Визначають вологість проби попередньо за відомою методикою. З підготовленої проби беруть наважку масою близько 1 г, зважують з похибкою не більше 0,0002 г, поміщають в хімічну склянку і змочують 15 мл суміші кислот. Склянку з пробойою поміщають у водяний термостат за температури $35,0 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ і витримують 45 хв періодично перемішуючи його вміст.

Після закінчення вказаного часу вміст переносять у колбу і додають 400 мл дистильованої води, вміст колби нагрівають до кипіння та кип'ятять 15 хв (зі зворотним холодильником, на асбестових сітках). Колбу залишають на 10 хв для охолодження і відстоювання осаду лігніну, що виділився.

Розчин з осадом лігніну фільтрують крізь два урівноважені паперові фільтри або крізь фільтр із скляною пористою пластинкою.

У ході фільтрування крізь паперовий фільтр лігнін промивають розчином натрій хлориду до повного видалення слідів кислот, використовуючи в якості індикатора метиловий оранжевий. Фільтри з осадом лігніну висушують у сушильній шафі за температури $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ до постійної маси, охолоджують в ексікаторі над безводним кальцій хлоридом до кімнатної температури, потім верхній фільтр з лігніном зважують з похибкою не більше 0,0002 г, а нижній фільтр перекладають на чашку вагів з важками.

Масову частку лігніну (X), у %, до абсолютно сухої проби обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(L - A)}{m_{n.c.} \cdot K_{сух}} \cdot 100,$$

де: L – маса лігніну, г;
A – маса золи, що міститься в лігніні, г (якщо зола не визначається, A = 0);
 $m_{n.c.}$ – маса повітряно сухої проби, г;
 $K_{сух}$ – коефіцієнт сухості.

Результат одиничного визначення виражають з точністю на порядок вище, ніж округляють остаточний результат випробування.

За результат випробування приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, заокруглене до 0,1%.

5.4 Визначення вмісту α -целюлози (ГОСТ 6840)

Метою роботи є гравіметричне визначення нерозчинного залишку після обробки целюлози 17,5 %-м розчином NaOH та подальшим її промиванням 9,5 %-м розчином NaOH.

Хід роботи. Беруть наважку повітряно-сухої целюлози масою близько 3 г, поміщають у фарфоровий склянку місткістю 150 см³ і заливають 45 см³ 17,5%-м розчином NaOH за температури 20±2 °С. Розчин натрій гідроксиду заливають порціями: спочатку доливають 15 см³ і обережно протягом 2 – 3 хв розмішують целюлозу скляною паличкою з плоским кінцем. Потім додають решту розчину 30 см³ та ще рівномірно і обережно розмішують протягом 1 хв. Склянку із сумішшю накривають годинниковим склом і поміщають у термостат за температури 20 ± 2 °С на 45 хв, починаючи відлік з початку обробки целюлози розчином лугу.

Після закінчення визначеного часу до маси доливають 45 см³ дистильованої води (20 ± 2°С), обережно перемішують протягом 1,5 хв і переносять масу на скляний фільтр або лійку Бюхнера на висушений до постійної ваги паперовий фільтр. Целюлозну масу рівномірно розподіляють на поверхні фільтра та відсмоктують фільтрат у колбу Бунзена. Залишок на фільтрі за рахунок слабого вакууму промивають тричі по 25 см³ 9,5%-м розчином натрій гідроксиду за температури 20±2°С. Загальна тривалість промивання лугом повинна бути близько 2...3 хв.

Після відсмоктування розчину лугу волокно промивають окремими порціями дистильованої води за температури 18 – 20 °С з проміжним відсмоктуванням. Промивання ведуть до нейтральної реакції фільтрату за фенолфталеїном. Промитий залишок (α -целюлозу) пінцетом переносять у попередньо висушений до постійної маси бюкс і висушують у

сушильний шафі за температури $103 \pm 2^\circ\text{C}$ впродовж 6 – 7 год до постійної маси. Після закінчення сушіння бюкс поміщають в ексікатор, охолоджують і зважують.

Масову частку α -целюлози (X_α), % до маси абс.сух. целюлози, обчислюють за формулою:

$$X_\alpha = \frac{m_1 - m}{m_2 \cdot K_{\text{сух}}} \cdot 100,$$

де: m – маса пустого бюкса, г;
 m_1 – маса бюкса з висушеною α -целюлозою, г;
 m_2 – повітряно суха наважка целюлози, г.

Розбіжність між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,3 %.

5.5 Визначення вмісту β - і γ - целюлози

β - і γ - целюлози (геміцелюлоза) – низькомолекулярні фракції целюлози, розчинні в 17,5%-му розчині натрій гідроксиду. До β -целюлози відноситься частина геміцелюлоз, що випадають в осад у ході нейтралізації лужного розчину ацетатною кислотою. Та частина геміцелюлоз, яка залишається в розчині, називається γ -целюлозою. Ці фракції відрізняються як молекулярною масою так і певною мірою складом. β -целюлоза має більшу молекулярну масу ніж γ -целюлоза.

Метод 1. Базується на осадженні геміцелюлоз, розчинених у лужному фільтраті, після визначення α -целюлози.

Реактиви, прилади: лужний фільтрат після визначення α - целюлози, H_2SO_4 конц., лійка Бюхнера, хімічна склянка 200 мл, аналітичні ваги, сушильна шафа, бюкс.

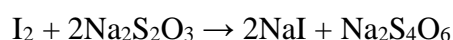
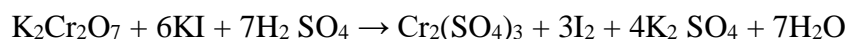
Хід роботи. Лужний фільтрат нейтралізують сульфатною кислотою (до $\text{pH} = 6 - 7$). Осад, що випав, відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають водою і сушать у сушильний шафі до постійної маси. Вміст геміцелюлоз (X_β , %) обчислюють за формулою:

$$X_\beta = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{m_2 \cdot (100 - W)} \cdot 100, \%$$

де: m_1 – маса бюкса з висушеною геміцелюлозою, г;
 m – маса бюкса, г;
 m_2 – наважка повітряно-сухої целюлози, г;
 W – вологість вихідної целюлози, %

Метод 2. Базується на окисненні геміцелюлоз, розчинених у лужному фільтраті після визначення α -целюлози, калій дихроматом і визначенні залишку $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, який не прореагував з геміцелюлозами йодометричним способом.

Процеси, що при цьому відбуваються, описуються низкою хімічних реакцій:



Реактиви та прилади: 0,1 н розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2SO_4 конц., 10% -й розчин KI , 0,1 н розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,5 н. розчин крохмалю, мірна колба 1 л, піпетка 25 мл, конічна колба 250 мл, мірний циліндр, конічна колба (750 мл) з притертою пробкою, бюретка.

Хід роботи. Фільтрат і промивні води після визначення α -целюлози збирають у мірну колбу і об'єм доводять дистильованою водою до 1 л. Потім відбирають піпеткою 25 мл розчину і переносять його в конічну колбу на 250 мл, додають 50 мл 0,1 н. розчину калій дихромату і, обережно перемішуючи, доливають циліндром 35 мл концентрованої сульфатної кислоти. Суміш кип'ятять 3 хв, охолоджують, переносять в конічну колбу з притертою пробкою на 750 мл, додають 300 – 400 мл дистильованої води і 10 – 20 мл 10%-го розчину калій йодиду. Колбу залишають в темному місці на 5 хв, а потім йод, що виділився, відтитровують 0,1 н. розчином натрій тіосульфату, в кінці титрування доливають 2–3 мл розчину крохмалю і титрують до переходу синього забарвлення розчину у бірюзово-зелене, обумовлене присутністю йонів Cr (III). Паралельно проводять "холостий дослід", вводючи всі реактиви, крім лужного розчину геміцелюлоз, замість якого додають 25 мл дистильованої води.

Загальний вміст β - і γ -целюлоз (А,%) розраховують за формулою:

$$A = \frac{(b-a) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{25 \cdot (100-W) \cdot m},$$

де b – об'єм 0,1 н. розчину натрій тіосульфату, витраченого на титрування "холостої" проби, мл;
 a – об'єм 0,1 н. розчину натрій тіосульфату, витраченого на титрування лужного розчину геміцелюлоз, мл;
 m – наважка повітряно-сухої целюлози, г;
 W – вологість вихідної целюлози, %;
0,000685 – кількість геміцелюлоз, що окиснюють 1 мл 0,1 н розчину калій дихромату, г

5.6 Визначення вмісту геміцелюлоз (ГОСТ 9002)

Хід роботи. 5 г повітряно-сухої целюлози, зваженої з точністю до 0,0002 г, поміщають у колбу на 250 мл з притертою пробкою. Піпеткою додають 100 мл 5 %-го розчину натрій

гідроксиду (20 ± 2 °C) і вміст колби добре перемішують. Потім колбу витримують 2 год на водяній бані за температури 20 ± 2 °C періодично добре струшуючи вміст колби. Після закінчення цього часу суміш фільтрують крізь скляний фільтр з пористою пластинкою, двічі пропускаючи фільтрат крізь залишок на фільтрі.

З отриманого фільтрату піпеткою відбирають 25 мл і переносять у мірну колбу об'ємом 250 мл, в яку доливають 10 мл 1,5 н розчину калій дихромату. Потім обережно додають 35 мл концентрованої сульфатної кислоти. Через 5 хв (за цей час колбу часто струшують) вміст колби охолоджують (оскільки реакція взаємодії сульфатної кислоти з водою екзотермічна) і доводять до позначки дистильованою водою. Піпеткою відбирають 50 мл розчину в мірну колбу на 250 мл, додають 10 мл 20%-го розчину калій йодиду і ставлять на 5 хв у темне місце. Потім вміст колби титрують 0,1 н розчином натрій тіосульфату у присутності крохмалю. Кінець титрування визначають за переходом забарвлення рідини від синього до бірюзово-зеленого.

Паралельно проводять холосте визначення з 25 мл 5%-го розчину натрій гідроксиду. Вміст геміцелюлоз (ГЦ, %) визначають за формулою:

$$ГЦ = \frac{(b-a) \cdot 0,000675 \cdot 100 \cdot 250 \cdot 1000}{25 \cdot 50 \cdot g},$$

де а – витрата натрій тіосульфату в ході титрування лужного фільтрату, мл;
b – те ж за холостого визначення;
g – наважка абс.сух. целюлози, г;
0,000675 – кількість целюлози в грамах, яка відповідає 1 мл 0,1 н. розчину $K_2Cr_2O_7$.

Проводять два паралельних визначення приймаючи за результат середнє арифметичне, виражене з точністю до 0,2 %.

5.7 Визначення набухання целюлози (ГОСТ 7516)

Хід роботи. З підготовленої проби на штамп-пресі вирубують зразки целюлози у вигляді кругів діаметром (30 ± 1) мм з отвором у центрі круга діаметром (9 ± 1) мм. Стержень з двома пластинками зважують на технічних вагах з точністю до 0,02 г, нанизують на нього 10 кілець целюлози і знову зважують. За різницею знаходять масу кілець целюлози. Потім стержень з целюлозою і пластинками поміщають у скляний циліндр, в який попередньо заливають 70 см³ 17,5%-го розчину NaOH за температури $20 \pm 0,2$ °C і закріплюють затискачем у кришці приладу таким чином, щоб нижня пластина перебувала на відстані близько 5 мм від дна циліндра.

Після п'ятихвилинного набухання целюлози (час відраховують за секундоміром з моменту опускання стержня в розчин луку) стержень з кільцями целюлози піднімають і закріплюють у кришці циліндра так, щоб целюлоза знаходилася вище рівня луку. Протягом 5 хв дають стікати надлишку розчину луку з целюлози. Потім стержень з целюлозою виймають з циліндра і обережно висушують фільтрувальним папером стержень над верхньою пластинкою, зовнішні стінки пластинок і наявні в пластинках отвори.

Слід уникати дотику фільтрувального паперу до набряклих зразків целюлози, а також їх придавлювання (на набухлу целюлозу повинна діяти тільки сила тяжіння верхньої пластинки). Після обсушування стержень з набухлою целюлозою і пластинками зважують. Ступінь набухання за масою, X_L у %, розраховують за формулою:

$$X_L = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m} \cdot 100$$

де m – маса стержня з двома пластинками, г;

m_1 – маса стержня з пластинками і кружками целюлози до набухання, г;

m_2 – маса стержня з пластинками і кружками целюлози після набухання, г.

Розбіжність між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 20%.

5.8 Визначення білості целюлози (ГОСТ 7690)

Хід роботи. Для визначення білості целюлози виготовляють відливки діаметром 90 мм і мінімальною масою 200 г 1м², що відповідає 1,3 г абс.сух. целюлози в одному відливку. Пробу целюлози розривають на шматочки. Відбирають 6,5 – 7 г целюлози в перерахунку на абс. сух. речовину, заливають 1000 мл дистильованої води і розбивають дезінтегратором до стану, за якого волокна повністю розділені без помітного їх укорочення.

З отриманої суспензії виготовляють чотири відливки наступним чином: суспензію перемішують і фільтрують крізь попередньо змочений паперовий фільтр. Для отримання рівномірної відливки лійку розташовують горизонтально на колбі для фільтрування під вакуумом. У лійку наливають 200 мл суспензії і відсмоктують рідину насосом. Витягають відливок з лійки і укладають його верхньою стороною на фільтр.

Відливки пресують на пресі за тиску 300 кПа продовж 1 хв.

Після пресування відокремлюють паперові фільтри, відливки сушать за кімнатної температури на повітрі протягом 1,5 – 3 год до 85 – 95% сухості. Відливки оберігають від забруднень, впливу світла і тепла. Білість відлиwkів визначають на лейкометрі.

РОЗДІЛ 6

ПІДГОТОВКА ПРОБ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ПОКАЗНИКИ ВОЛОКНИСТИХ НАПІВФАБРИКАТІВ

6.1 Розмелювання волокнистих напівфабрикатів

Для визначення фізико-механічних властивостей напівфабрикатів необхідно спочатку виготовити стандартні відливки з розмеленої маси. Розмелювання напівфабрикатів проводять у відцентрово – розмелювальному апараті (ВРА), який зображено на рис. 3 та 4.

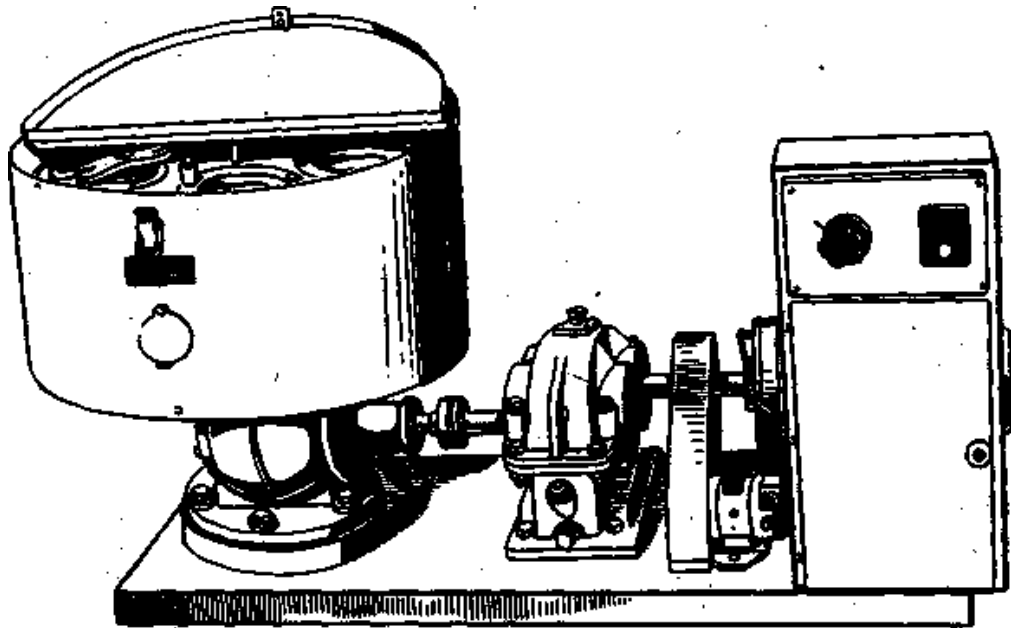


Рисунок 3 – Загальний вигляд відцентрового розмелювального апарату

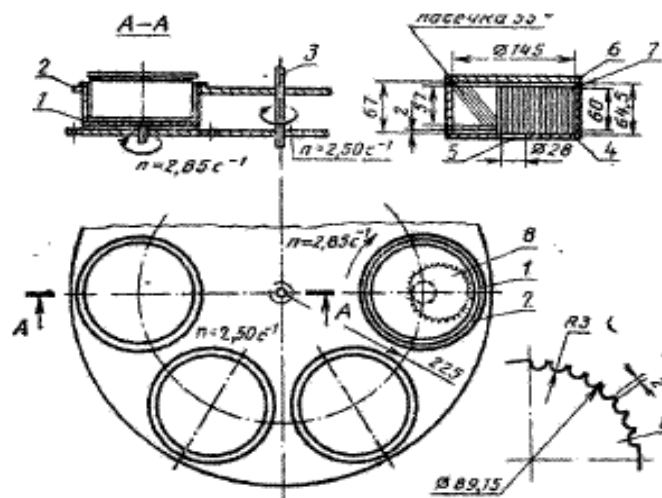


Рисунок 4 – Відцентровий розмелювальний апарат

1. Розмелювання целюлози відбувається у 6-ти стаканах. Відцентровий розмелювальний апарат складається з горизонтального стола, що обертається (2), у який вмонтовано шість циліндричних **заглиблень** для розміщення в них стаканів, які обертаються в процесі роботи навколо центральної осі (3) та навколо власної осі.

2. Кожен із 6 стаканів складається з посудини для розмелювання з кришкою (6), барабану з ножами (8) і дерев'яного диска (5). Стакан поміщають в циліндричне заглиблення та закривають держакком.

3. Стакан циліндричної форми (4) має внутрішній діаметр $145 \pm 1,0_{0,2}$ мм за висоти внутрішньої стінки $67,0 \pm 0,2_{0,4}$ мм. Площина посудини має концентричний підйом в $2,0 \pm 0,1_{0,5}$ мм від стінки посудини для виїмки діаметром $28 \pm$ мм, яка знаходиться в центрі посудини. Виїмка заповнена дерев'яним розбухлим диском, наприклад, з граба, який є робочою поверхнею для барабана 8. Диск у вологому стані повинен перевищувати навколишню поверхню на $0,4 \pm 0,2$ мм.

4. Внутрішня стінка стакана має лівосторонню насічку висотою $57 \pm 0,2_{0,4}$ мм, яка нанесена на відстані 5 мм від краю і до дна посудини під кутом $55^\circ \pm 30'$. Крок насічки складає $1,32 \pm 0,07$ мм. На кожні 10 мм довжини круга повинно бути 7, 64 насічок.

5. Внутрішня сторона кришки посудини гладка, по периметру має виїмку для ущільнюючого кільця (7).

6. Стакан і кришку виготовлено із нержавіючого матеріалу з твердістю за Брінеллем 105 ± 10 одиниць.

7. Барабан для розмелювання має форму циліндра і точно відцентрований. Його діаметр дорівнює $89,15 \pm 1,2_{0,1}$ мм, висота $60,0 \pm 0,1$ мм. Барабан має розподілені рівномірно вожі з ребрами шириною $2,0 \pm 0,1_{0,3}$ мм, що утворені 35 напівкруглими виїмками радіусом 3 мм. Маса відбалансованого барабану для розмелювання 2000 ± 15^5 г. Барабан виготовлено із нержавіючого матеріалу з твердістю за Брінеллем 85 ± 10 одиниць.

8. Геометрична вісь стакана для розмелювання обертається за часовою стрілкою навколо вертикальної осі з частотою $2,50 \pm 0,03$ с⁻¹. Планетарна передача забезпечує обертання емностей, у які вставлено посудини для розмелювання, навколо власної осі з частотою $2,50 \times 1,14$ с⁻¹ – $2,85$ с⁻¹.

Для приготування відливок із целюлози можна використовувати як суху, так і вологу целюлозу. **В кожен стакан завантажують по 16 г целюлози у перерахунку на абсолютно сухе волокно.** Наважку сухої целюлози вручну розривають на шматочки приблизно 1 x 1 см. Заливають дистильованою водою за температури води (20 ± 5) °С для набухання не менше

двох годин. **Кількість води, що заливається в стакан, повинна бути такою, щоб концентрація маси складала 6%.**

Наприклад, за $K_{\text{сух}} = 0,3500$ на технічних вагах необхідно зважити повітряно-сухої целюлози $16 : 0,3500 = 45,71$ г.

$$\text{Об'єм води} = \frac{100 \cdot 16}{6} - 45,71 = 267 - 45,71 = 220,95 \approx 221 \text{ мл}$$

(загальний об'єм маси повинен бути **267 мл**). Розраховану кількість води добавляють мірним циліндром.

Набухлу целюлозу додатково розривають вручну на шматочки розміром приблизно 1×1 см, кількісно переносять у стакан відцентрово-розмелювального апарата (ВРА) і рівномірно вкладають її навколо барабана. Температура маси перед розмелюванням має становити $18 \pm 2^\circ\text{C}$.

Стакани для розмелювання вставляють у гнізда ВРА строго симетрично, наприклад, 6 стаканів, 3 стакани (через один), 4 чи 2 стакани в діаметрально протилежних гніздах. Кожен стакан закривають тільки своєю кришкою і вставляють у відповідні номери гнізд. Необхідно звернути увагу на стан гумової прокладки і надійність затягування їхніх болтів.

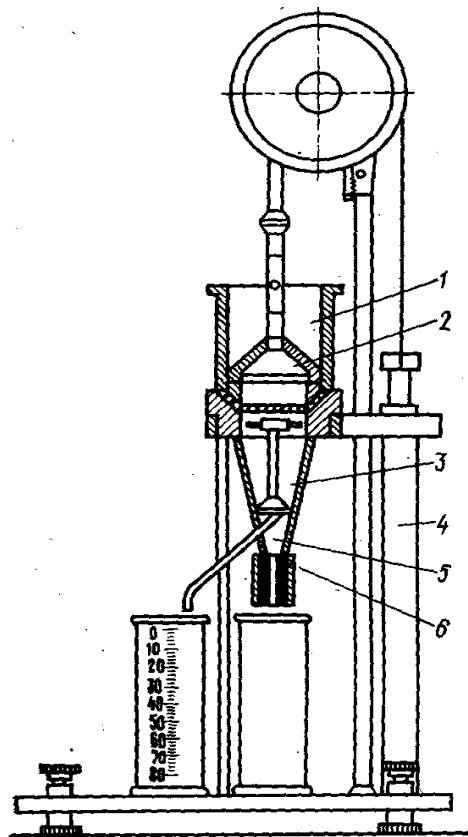
Апарат закривають кришкою та включають пусковий механізм. Розмелювання маси ведеться за частоти обертання ротора $(2,50 \pm 0,05) \text{ с}^{-1}$ або $(150 \pm 3) \text{ об/хв}$. Частоту обертання ротора ВРА періодично перевіряють тахометром. Тривалість розмелювання до контрольної точки залежить від здатності целюлози до розмелювання. Зазвичай, розмелювання ведеться до досягнення ступеня млива $60 \pm 2^\circ\text{ШР}$, що прийнято стандартом, та фіксується тривалість розмелювання.

Категорично забороняється вести розмелювання з відкритою кришкою кожуха ВРА і різко збільшувати число обертів. Відкривати кришку ВРА можна тільки після повної зупинки ротора апарату.

Ступінь млива періодично контролюється шляхом відбору проби маси спеціальним ковшиком з використанням апарату СР-2. Для цього необхідно вміст стакану, де відбувалося розмелювання, добре перемішати і спеціальним ковшиком відібрати пробу. **За концентрації маси 6% ковшик вміщає 2 г абсолютно сухого волокна.** Якщо такого ковшика немає, тоді можна на технічних вагах зважити 33,33 г маси, де також буде міститися 2 г абсолютно сухого волокна. Масу поміщають у вимірювальний циліндр і доводять водою до мітки 1000 мл. Температура суспензії повинна бути $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

6.2 Визначення ступеня млива

Ступінь млива є одним із найважливіших параметрів целюлози, який характеризує здатність маси віддавати воду на сітках папероробних машин. На рис. 5 наведено загальний вигляд приладу СР-2, на якому визначають ступінь млива маси.



Принцип роботи приладу СР-2 типу Шоппер-Ріглера полягає в різній швидкості віддачі води масою різного ступеня млива у ході зневоднювання її на сітці. Верхня частина приладу 1, яка знімається, є циліндром, дно якого обтягнуте одинарною миткалевою сіткою №40. Сітчасте дно закривається клапаном 2, краї якого обтягнуті гумовим кільцем, щоб він щільно закривав знизу циліндр. Нижня частина приладу 3 є конусом, який закріплений на стійкому штативі 4 і має два отвори: центральний 6 вузький (строго визначеного діаметра) і боковий 5, більш широкий. Розміщення цих отворів вибрано так, що вода, яка стікає через шар маси і сітку з верхнього циліндра, може виходити через боковий отвір тільки тоді, коли швидкість стікання її

Рисунок 5 - Прилад СР-2

більша, ніж пропускна здатність центрального отвору. У цьому випадку вода не встигає витікати через нижній отвір, зосереджується в конусі, і частина води буде витікати через боковий переливний отвір. З підвищенням ступеня млива швидкість водовіддачі зменшується. У випадку низького ступеня млива вода стікає швидко і велика частина її виливається через широкий бічний отвір у градуйовану посудину. У випадку високого ступеня млива вода настільки повільно стікає, що майже вся проходить через центральний вузький отвір в іншу посудину. Ступінь млива виражають в умовних градусах $^{\circ}\text{ШР}$ (Шоппер-Ріглера).

Хід виконання роботи

Для визначення ступеня млива розмеленої маси відбирають 1 л суспензії, що містить точно 2 г маси в розрахунку на абсолютно сухе волокно. Суспензію ретельно перемішують і швидко вливають у циліндр приладу СР-2 при опущеному клапані, який

потім швидко піднімають, а вода стікає через шар маси і сітку в циліндри, підставлені під центральний і бічний отвори.

Визначивши об'єм води у мл (V), яка витікла у бічний циліндр, визначають ступінь млива целюлози за наступною формулою:

$$^{\circ}\text{ШР} = \frac{1000 - V}{10}$$

За ступінь млива $^{\circ}\text{ШР}$ приймають умовно різницю між кількістю води, взятої для аналізу волокнистої суспензії та кількістю води, що витікла через широкий бічний отвір. Слід зауважити, що 10 мл води відповідає 1°ШР .

Швидкість водовіддачі волокнистою масою залежить від в'язкості води, тому ступінь млива необхідно визначати за температури води 20°C . Підвищення температури на 1°C знижує показник ступеня млива на $0,46^{\circ}\text{ШР}$.

Прилад СР-2 має недолік: він малочутливий у низькій ($8 - 16^{\circ}\text{ШР}$) і у високій ($85 - 90^{\circ}\text{ШР}$) областях млива маси [5].

Якщо ступінь млива буде нижче заданого, тоді необхідно залишки маси на сітці апарату СР-2 кількісно зібрати та приєднати до вихідної проби, щоб зберегти її постійну концентрацію та продовжувати розмелювання.

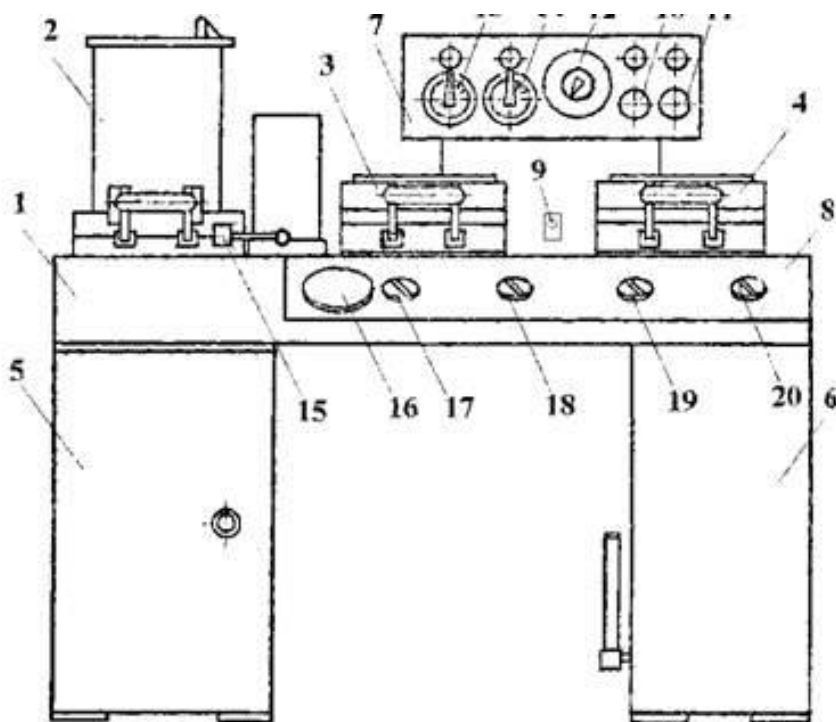
6.3 Виготовлення відливків целюлози

Відливки целюлози повинні виготовлятися в стандартних умовах на листовідливному апараті ЛА-1 конструкції ВНПОпапірпрому з вакуум-сушильною камерою. На даному апараті отримують відливки діаметром 200 мм. У ході роботи на ЛА-1 необхідно чітко дотримуватися правил техніки безпеки та наступних умов:

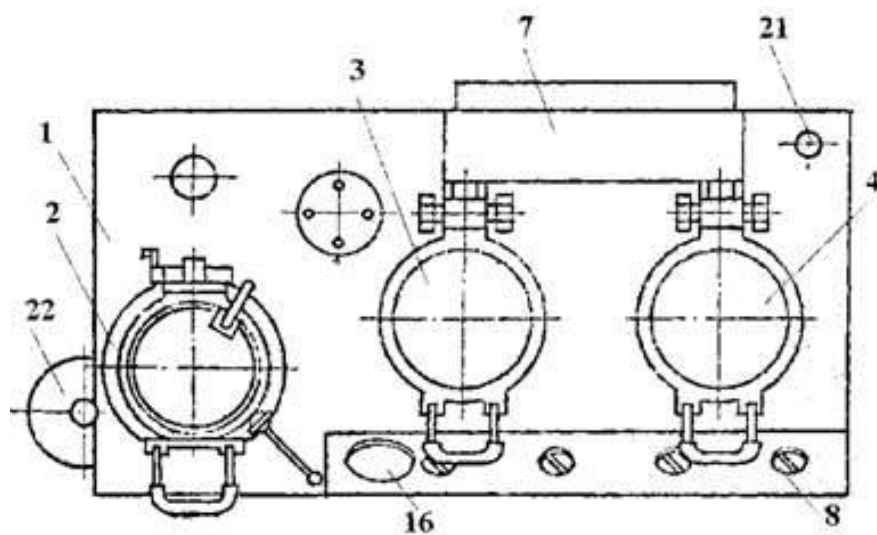
- 1) концентрація маси, що поступає на листовідливний апарат повинна складати $0,45 - 0,50 \text{ г/дм}^3$ (л);
- 2) відливки виготовляють на сітці № 40;
- 3) маса сухих відливок повинна складати $75 \pm 1 \text{ г/см}^2$;
- 4) відливки, які отримують на апараті ЛА-1, повинні висувуватися в сушильній камері за вакууму $93,1 \text{ кПа}$ (700 мм рт. ст.) та температури води $95 - 97^{\circ}\text{C}$.

Листовідливний апарат

Лабораторні зразки з попередньо підготовленої целюлозної маси виготовляють на листовідливному апараті (приладі) ЛА-1, схема якого наведена на рис. 6. Апарат складається з наступних основних частин: станини (1), призначеної для розміщення основних вузлів апарату; відливного пристрою - формуючої камери (2) для отримання відливки на сітці № 40 діаметром 200 мм за вакууму $26,6 \text{ кПа}$; двох сушильних камер (3 і 4) для сушіння вологих



а



б

Рисунок 6 – Схема апарату моделі ЛА-3 для виготовлення лабораторних целюлозних зразків: а – вид спереду; б – вид зверху

відливків за температури 100 °С і вакуумі 95 кПа; вакуум-насоса, розташованого внизу апарату зліва (5); пароутворювача для отримання насиченої водяної пари для нагрівання сушильних камер, розташованого внизу апарату праворуч (6); панелей управління (7 і 8).

На панелі керування (7), розташованій над сушильними камерами знаходяться: загальний пусковий пристрій апарату (9); тумблер включення двигуна вакуум-насоса (10); тумблер включення електронагрівача пароутворювача (11); вакуометр сушильних камер (12); два реле часу для установки тривалості сушіння в сушарках (13 і 14).

На похилій панелі управління (8) розташовані: шарнірний клапан для випорожнення відсмоктувальної камери (15); вакуометр для контролю за величиною вакууму в листовідливній камері (16); кран для подачі води в формуючу камеру апарату (17); кран для підключення вакууму до відсмоктувальної камери (18); крани для підключення вакууму до сушарок (19). Крани (17, 18, 19, 20) мають два положення: "О" – відкрито; "З" – закрито.

Перед початком відливання необхідно підготувати апарат до роботи. При цьому крани (17, 18, 19 і 20) повинні бути в положенні "З", а електроприлади відключені.

Виготовлення відливків

Спочатку в завантажувальну камеру заливають воду до 4000 мл, потім додають 1000мл суспензії із вмістом 2,35 г абсолютно сухого волокна, добре перемішують перфорованою мішалкою до рівномірного розподілення волокон по всьому об'ємі камери.

Зневоднювання спочатку виконують за допомогою спускного крана апарату і на сітці залишається шар маси, а далі включають вакуум-насос 26,6 кПа (близько 200 мм рт.ст) та продовжують зневоднювання протягом 10 с.

Потім відкривають затискач камери і на вологому відливкові роблять мітку, накладають на відливок спеціальний лист картону діаметром 240 мм або сітку, двічі прокатують без натиску віджимним валком і знімають відливок із сітки.

На відливок накладають лист паперу діаметром 205 мм або сітку і відливок, що знаходиться між картоном-носієм і листом паперу або сітками, поміщають у вакуум-сушильну камеру за включеного вакуум-насосу під розрідженням 96 кПа (720 мм рт.ст.) та температури $(96 \pm 1)^{\circ}\text{C}$. Допускається сушіння відливків на листовідливній сітці, поміщаючи її у вакуум-сушильну камеру за тих самих умов.

Тривалість сушіння триває не менш 4 – 5 хв.

Виготовлені відливки маркуються, тобто вказують його масу, дату виготовлення, прізвище.

Кожен відливок зважують окремо. Маса відливка в розрахунку на 1 м^2 в абс. сух. стані повинна бути $(75 \pm 1) \text{ г}$.

Показники призначення і економного використання сировини, матеріалів, енергії:

1. Продуктивність апарату – 24 відливка/год;
2. Форма відливків – круга.
3. Діаметр відливків – $200 \pm 0,5 \text{ мм}$.
4. Маса відливка площею 1 м^2 – $75 \pm 1 \text{ г}$.

5. Вакуум у камері відсмоктування – не більше 27 кПа.
6. Вакуум у сушильній камері – не менше 96 кПа
7. Температура теплоносія у нагрівальній камері – 93 ± 4 г.
8. Напруга живлення в мережі – 380 ± 57 В.

6.4 Підготовка зразків целюлозних відливок до фізико-механічних випробувань

Для визначення фізико-механічних показників відбирають п'ять відливок з рівномірним просвітом.

Перед фізико-механічними дослідженнями відливки кондиціонують за ГОСТ 13523 до рівномірної вологості не менше – 2,5 год за відносної вологості повітря (65 ± 2)% і температури (20 ± 2)°С. У випадку неможливості створення вказаних умов у приміщенні допускається використання спеціальних шаф або ексикаторів, які забезпечують необхідні умови кондиціонування повітря. Наприклад, залити сульфатну кислоту густиною 1,289, тоді за кімнатної температури в ексикаторі буде створена необхідна відносна вологість повітря.

Визначення механічних властивостей проводять згідно діючих стандартів і результати, що виражаються середнім арифметичним з усіх визначень для кожного показника, зводять в загальну таблицю.

Перед нарізанням зразків для випробувань визначають масу 1 м^2 , товщину і щільність відливок.

Для визначення фізико-механічних показників целюлози зазвичай визначають:

- 1) розривну довжину, м (для випробувань целюлози довжина полосок між клемами динамометра повинна складати 100 мм);
- 2) розтягування чи подовження целюлози до моменту розриву, %;
- 3) міцність на злом під час багаторазових перегинів, кількість подвійних перегинів, к.п.п.;
- 4) опір продавлюванню, Па;
- 5) опір роздиранню, Н (гс).

Із відливок нарізають зразки у відповідності зі схемою, яка показана на рис.7.

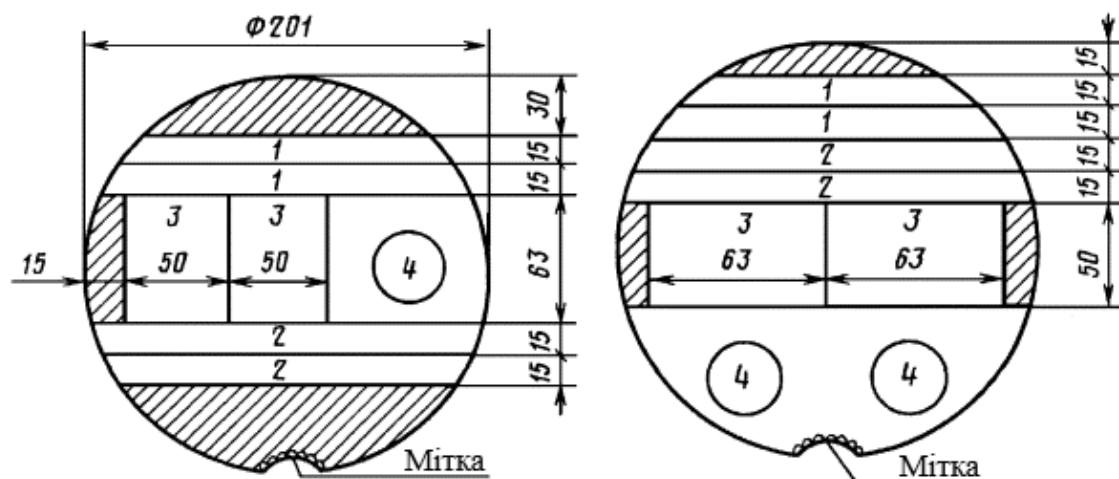


Рисунок 7. – Схема нарізання зразків для фізико-механічних досліджень целюлози:

1 – зразки для визначення опору розриву при розтягуванні і міцності на злом; 2 – зразки для визначення опору роздиранню; 3 – зразки для визначення опору продавлюванню

6.4.1 Визначення маси 1 м², товщини і щільності целюлозних відливків

Маса 1м² напівфабрикатів за ДСТУ 2297 (ISO 536:2013) визначається за стандартних умов і виражається в грамах, та є найбільш розповсюдженим показником.

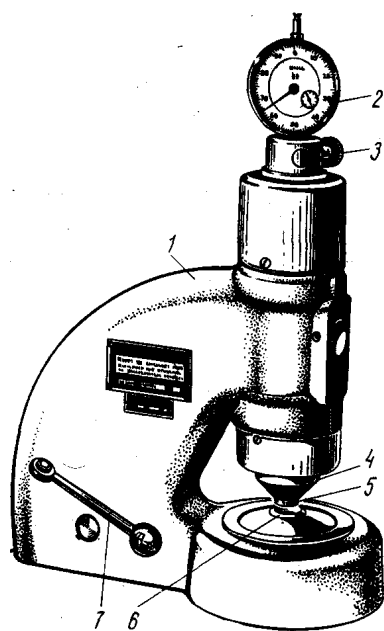
Товщину целюлозного відливка за ДСТ 27015 (ISO 534:1988) вимірюють за питомого тиску вимірювального приладу на папір 0,1 МПа і величини вимірюваної площі 2 см². Результат вимірювань, як правило, виражають у мікронах чи міліметрах. Товщину целюлозного відливка, яка суттєво впливає на всі його властивості, вимірюють за допомогою товщиномірів чи мікрометрів. Індикаторний товщиномір типу ТНБ наведений на рис. 8. На масивному і жорсткому корпусі товщиноміру змонтований вимірювальний механізм (2), який є індикатором годинникового типу.

Корпусу надана зігнута форма, що дозволяє проводити вимірювання товщини аркуша паперу чи картону на відстані не більше 70 чи 200 мм від краю аркуша – в залежності від вигину корпусу товщиноміра.

На нижній частині тяги закріплена верхня п'ята (5), над якою розташований вантаж (4). Тяга переміщується вгору за допомогою важеля (7). В основі корпусу жорстко закріплена нижня п'ята (6), яка співосна з верхньою. Для обмеження підйому верхньої п'яти слугує поворотний ексцентрик (3).

Товщиноміром індикаторним можна користуватися для вимірювання товщини окремих зразків, якщо допуски товщини не менше ± 10 мкм.

Виміри товщини проводять в п'яти точках кожного зразка. Результат виражають як середнє арифметичне всіх визначень.



**Рисунок 8. – Товщиномір
індикаторний ТНБ**

Щільність за ДСТУ 27015 (ISO 534:1988)

(об'ємна маса) є важливим показником якості **целюлози**. Вона залежить від багатьох чинників: властивостей напівфабрикату, ступеня млива волокна і ущільнення під час каландрування та ін..

Підвищення щільності свідчить про поліпшення механічних властивостей, зумовлених кращим з'єднанням волокон у процесі виробництва паперу.

Від пористості паперу залежать багато його властивостей, особливо такі, як здатність до фільтрування, здатність до сприйняття типографської фарби чи чорнила й ін.

Визначення маси 1 м² базується на зважуванні зразка **целюлозного відливка** визначеного розміру з наступним перерахуванням отриманого значення на масу 1 м². Результат визначення маси 1 м² виражається в грамах.

Випробуванням піддають **целюлозні відливки**, отримані на ЛА-1 діаметром 200 мм. Потім зразки зважують і визначають середню масу одного зразка. Результат виражають середнім арифметичним з усіх визначень.

Обробка експериментальних даних

Масу 1 м² (М) целюлози обчислюють за формулою, г/м²:

$$M = \frac{P_1}{S}$$

де P_1 – середня маса одного зразка (відливка), г;
 S – площа зразка, м² ($S = 0,031\text{ м}^2$).

Товщину (h) обчислюють як середнє 5-ти зразків:

$$h = \frac{\text{Середнє } (h_1 + h_2 + h_3 + h_4 + h_5)}{5},$$

Товщину **целюлозного відливка** виражають в мікронах або в мм.

Щільність целюлозного відливка обчислюють за формулою:

$$\gamma = \frac{M}{h \cdot 1000},$$

де γ – щільність, г/см³;

M – маса 1 м² **целюлозного відливка**, г;

h – товщина **целюлозного відливка**, мм.

Отримані результати округлюють до 0,01 г/см³.

6.4.2 Визначення міцності целюлози на розрив за ДСТУ 13525.1 (ISO 2758:1996)

Міцність на розрив целюлози є важливим фізико-механічним показником, який характеризує целюлозу на міцність і визначає придатність її для тих чи інших потреб.

Міцність на розрив характеризується наступними величинами: розривним зусиллям, питомим опором розриву, індексом міцності під час розтягування, розривною довжиною.

Міцність на розрив виражається величиною розривного зусилля в ньютонках з укаванням ширини смужки чи показником розривної довжини в метрах (чи кілометрах), тобто такою розрахунковою довжиною смужки целюлози, за якої вона, якщо буде вільно підвішена за один кінець, розірветься під власною вагою.

Визначення міцності на розрив проводять з допомогою вертикальної розривної машини (динамометра) РМБ-30-2М, загальний вигляд якої наведена на рис. 9.

Розривна машина складається з маятникового силовимірювача, механізму вимірювання подовження і регулюючого електропривода з магнітним підсилювачем. Маятник (6), призначений для навантаження випробуваного зразка, підвішений на шарикопідшипниках в верхній частині стійки-косинця (23).

До короткого плеча маятника на ланцюжку підвішений верхній затискач (14). На довгому кінці маятника встановлені храповики (5), які фіксують положення в момент розриву випробуваного зразка, показчик (4) для відліку величини розривного зусилля, шкала (9) для відліку подовження зразка й арретир маятника (22). На довгому плечі маятника встановлений і зафіксований штифтом змінний вантаж (3).

При закріпленні випробуваного зразка положення маятника фіксують арретиром, верхній затискач - гвинтом (13).

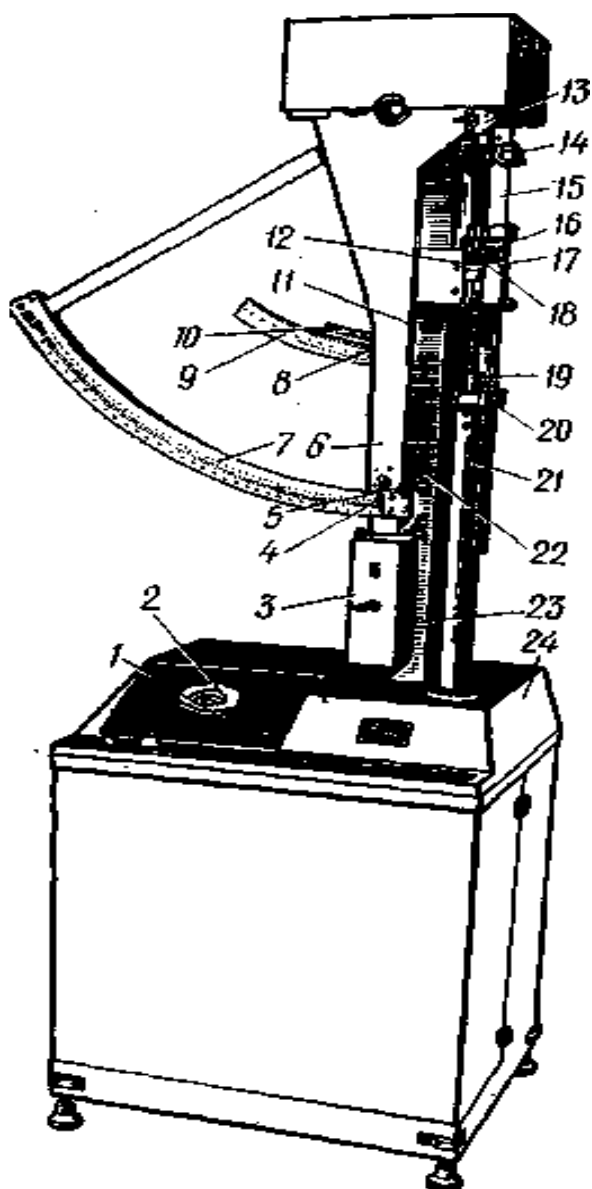


Рисунок 9 – Динамометр РМБ-30-2М

Нижній затискач (18) змонтований на важелі (16), який може повертатися у вертикальній площині. Під час підйому тубуса в крайнє верхнє положення важіль (16) повертається, замикаючи контакти електродвигуна.

На лінійці (15) встановлено упор (17), положення якого фіксується гвинтом з накаткою. Пластина з вузлом нижнього затискача закріплена на висувному стрижні (19), яка за допомогою конічного штифта (20) фіксується в тубусі (21). Наявність семи отворів в стрижні (19) дозволяє встановлювати відстань між затискачами, рівну 0; 10; 50; 100; 150; 180 і 200 мм.

У момент руйнування зразка відбувається миттєве вимикання електродвигуна і зупинка нижнього затискача внаслідок розмикання контактів (12).

Для визначення величини розтягнення випробуваного зразка в момент його руйнування передбачений маятник подовження (11). На довгому його плечі встановлений ноніус (10) для відліку абсолютного подовження зразка і

стрілка (8), яка вказує його відносне подовження.

Зусилля, за якого відбувається руйнування зразка, відраховується за двопоясною шкалою (7).

Привід машини складається з електродвигуна постійного струму, черв'ячної і гвинтової пар, магнітного підсилювача й електричного блоку. Привід, поміщений у тумбі (24), забезпечує плавне регулювання швидкості опускання нижнього затискача в широких межах. Підйом нижнього затискача прискорений незалежно від величини встановленої робочої швидкості.

Тумблери керування роботою машини розташовані на пульті (1). Напруга на електричну частину машини подається включенням тумблера. Опускання нижнього затискача, його зупинка в разі необхідності в процесі випробування і повернення у початкове верхнє положення відбуваються після натискання кнопок, позначених написами «Вниз», «Стоп», «Вгору».

Встановлення необхідної швидкості опускання нижнього затискача здійснюється за допомогою рукоятки (2).

Хід виконання роботи

Випробуванню піддають не менше п'яти смужок з целюлозних відливків. Випробуванню піддається кожна смужка окремо. Відстань між затискачами встановлюється **100 мм для целюлозних відливків** виготовлених в лабораторних умовах. Довжина смужок, з врахування припуску для закріплення в затискачах, повинна бути відповідно 140...150 мм. Ширина смужок у всіх випадках повинна бути $15 \pm 0,15$ мм.

Випробування виконуються в такій послідовності.

Встановлюють необхідну відстань між затискачами шляхом закріплення висувного стрижня з поділками на відповідній відмітці. На маятник машини встановлюють відповідний вантаж („А” або „Б”). За шкалою швидкостей визначають необхідну швидкість опускання нижнього затискача. Ручку тумблера переводять у положення «Вкл», при цьому запалюється сигнальна лампочка. Закріплюють у затискачах випробовуваний зразок у злегка натягнутому стані. Звільняють верхній затискач і маятник зусилля. Натискають кнопку «Вниз». Нижній затискач опуститься вниз і відбувається навантаження випробовуваного зразка. У момент розриву зразка нижній затискач автоматично зупиняється, а положення маятника фіксується храповиком.

Записують показання за шкалою розривного зусилля і подовження. Під час натискання кнопки «Вгору» нижній затискач повертається у початкове положення. Притримуючи маятник, натискають на храповики, повертають його у вихідне положення і фіксують. За допомогою гвинта фіксують положення верхнього затискача.

Зрізають залишки розірваної смужки лезом чи гострим ножем біля самої основи затискачів, відкладають їх убік і зберігають до закінчення дослідів. Послабляють верхній і нижній затискачі і виймають залишки із затискачів. Після цього апарат готовий для наступного випробування.

Примітка. Якщо смужка в ході випробування розривається біля самого затискача, це вказує на неправильне закріплення смужки і дослід необхідно повторити з новою смужкою. Дослід можна вважати проведеним правильно, якщо смужка розірвалася на відстані не менше 10 мм від затискачів.

Зважують разом усі відкладені розірвані смужки целюлози з точністю до 0,0001 г і визначають середню масу однієї смужки.

Результати випробувань записують у таблицю і розраховують середні значення розривного зусилля і подовження. Потім за наведеними формулами розраховують розривну довжину, округляючи в залежності від виду целюлози, до десятків, чи сотень.

Оброблення експериментальних даних

Для розрахунку **розривної довжини** необхідно мати розривне зусилля, масу та довжину випробуваної смужки целюлози.

Виходячи з визначення поняття розривної довжини, її можна визначати за **формулою Гартига**:

$$L = \frac{P \cdot l}{m},$$

де: L – розривна довжина, м;

l – довжина смужки, м;

P – розривне зусилля, г;

m – середня маса однієї смужки, яку випробовують, г.

та **формулою Гойєра**:

$$L = \frac{P}{M \cdot b},$$

де: L – розривна довжина, м;

P – розривне зусилля, г;

M – маса 1 м² целюлози, г;

b – ширина смужки, м.

Розрахунок розривної довжини целюлози за формулою Гартига більш точний тому, що в нього входить маса смужок, що піддавалися випробуванню, а за формулою Гойєра підрахунок ведеться за масою 1 м² паперу. Тому в разі контрольних випробувань користуються формулою Гартига.

6.4.3 Визначення міцності на злом під час багаторазових перегинів за ДСТУ 3476-96 (ISO 5626-93)

Міцність на злом під час багаторазових перегинів найбільш важливий показник для напівфабрикатів, що входять до складу паперу, який в ході використання піддається частому згинанню, наприклад, банкнотний папір, картографічний, обгортковий й ін.

На показник міцності на злом впливає низка чинників: швидкість і рівномірність обертання маховика під час випробування, вологість повітря і целюлози; маса 1 м²; ступінь млива целюлозної маси та ін.

Суть методу полягає у визначенні кількості подвійних перегинів, які витримує смужка целюлози, що перебуває під натягом 5 або 10 Н, під час згинання навперемінно в один і другий бік на 180° до її руйнування.

Міцність на злом визначають методом вимірювання числа подвійних перегинів на апараті типу І-1-2 (прилад Шоппера). Загальний вигляд апарата наведено на рис. 10. Принцип його роботи показано на рис. 11.

Апарат складається із станини (11) із закріпленими на ній колонками (2), на які поміщені патрони зі спіральними пружинами всередині. Пружини закінчуються з одного кінця затискачами (4), а з іншого шайбами для регулювання натягу пружин. Штифти (3)

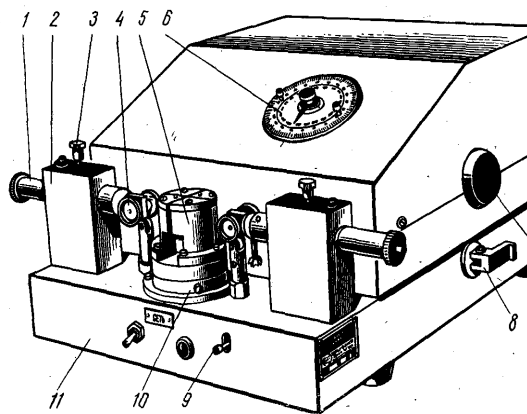


Рисунок 10 - Апарат І-1-2

служать для закріплення патрона під час відведення його убік для натягування пружин перед початком випробування. Для згинання смужки слугує пристосування (5), змонтоване на підставці (10), яке складається з двох пар металевих роликів, між якими утворюється щілина. У цій щілині знаходиться сталевая пластинка з вертикальним прорізом, у яку вставляється смужка паперу, що досліджується.

Пластинка укріплена на повзуні, що рухається за допомогою шатуна, з'єданого з валом колеса. До нього за допомогою гвинтової передачі приєднується лічильник числа обертів (6). За один оберт колеса зразок паперу піддається одному подвійному перегину,

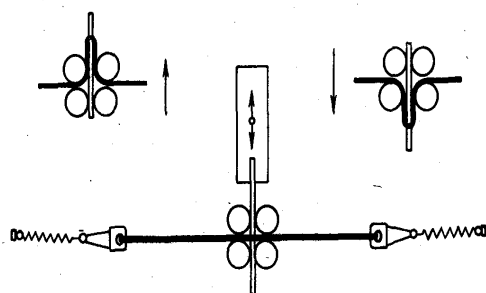


Рисунок 11 - Схема роботи апарата І-1-2

отже, лічильник показує число подвійних перегинів.

Поперек станини проходить штанга, яка закінчується на одному кінці вимикачем (8), інший кінець її входить у заглиблення колеса, щоб закріпити його в тому положенні, коли проріз сталевий пластинки знаходиться на одній лінії з центрами обох затискачів.

Хід виконання роботи

Перед початком випробування апарат встановлюють у нульове положення. Для цього замикають колесо, для чого повертають вимикач від себе та обережно обертають колесо ручкою (7) до стопорення. Піднімають нагору голівки штифтів (3) для спускання

пружин і встановлюють стрілки лічильника на «0». Вставляють смужку целюлози шириною 15 мм і довжиною 100 мм у проріз згинаючого пристрою (5). Кінці смужки обережно і надійно закріплюють у затискачах (4) гвинтами. Після закріплення смужки в затискачах натягають пружини, відводячи убік патрони до заціпання штифтів (3). Після цього смужка целюлози знаходиться під натягом пружин в 10 Н (1 кгс). Підключають лічильник (6) до вала колеса, для чого піднімають важіль (9) вгору, в цей час включається електродвигун. Після розривання смужки лічильник автоматично відключається незалежно від подальшого обертання колеса. Записують показання лічильника, замикають колесо за допомогою вимикача, відпускають пружини, для чого піднімають голівки штифтів, послабляють гвинти затискачів і виймають обидві частини розірваної смужки паперу. Встановлюють стрілки лічильника на «0» і апарат готовий для проведення наступного випробування. Випробуванню піддають п'ять смужок паперу.

Результати випробувань записують у вигляді таблиці та розраховують середні значення. Отримані результати округляють у залежності від виду целюлози до цілих чисел чи десятків.

6.4.4 Визначення опору продавлюванню целюлози за ДСТУ 13525.8 (ISO 2758/2759)

Опір целюлози продавлюванню є одним з основних показників міцності целюлози.

Опір целюлози (паперу, картону) продавлюванню дорівнює максимальному тиску, що витримує безпосередньо перед руйнуванням зразок целюлози (паперу) у формі кружка діаметром $30,5 \pm 0,025$ мм. Метод визначення опору целюлози продавлюванню ґрунтується на вимірюванні гідростатичного тиску, необхідного для продавлювання затиснутого зразка целюлози за поступового рівномірного підвищення гідравлічного тиску, і вимірюванні його в момент руйнування. Для визначення опору целюлози продавлюванню використовують різні прилади, зокрема СПК-Т, загальний вигляд якого наведено на рис. 12.

Прилад призначений для проведення випробувань целюлози, паперу, картону і гофрованого картону на продавлювання гідравлічним методом, викладеним в наступних національних і міжнародних стандартах.

Прилад призначений для застосування в лабораторіях підприємств целюлозно-паперової та суміжних галузей промисловості.

За стійкістю до кліматичних впливів прилад відповідає групі УХЛ категорії 4.2 за ГОСТ 15150-69.

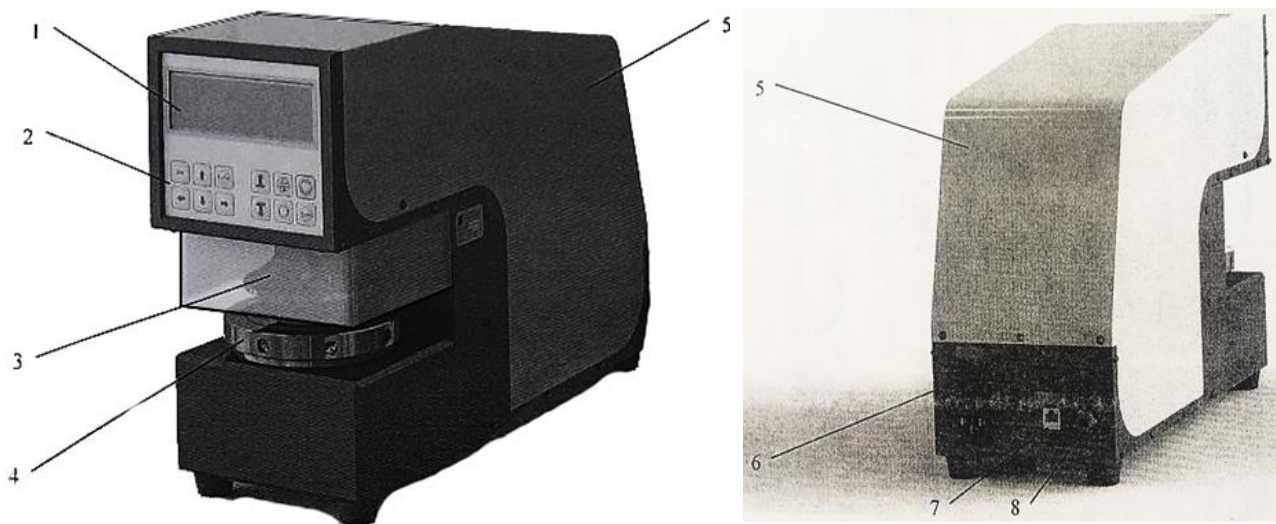


Рисунок 12 – Загальний вид. Прилад для визначення опору продавлюванню СПК-Т:
 1 – індикатор; 2 – клавіатура; 3 – верхній притискний фланець; 4 – нижній притискний фланець; 5 – кожух; 6 – вимикач мережевий; 7 – роз'єм інтерфейсний; 8 – штуцер підведення повітря.

Характеристики приладу

Діапазон вимірювань тиску в гідравлічній системі приладу, кПа	10-5000;
Зусилля притиску зразка, Н, не менше	5000;
Середня об'ємна швидкість нагнітання робочої рідини під діафрагму, см ³ /хв	170±15;
Тиск, необхідний для забезпечення стріли випинання діафрагми (без зразка):	
- висота випинання (10±0,2) мм, діапазон тиску, кПа	170-220;
- висота випинання (18±0,2) мм, діапазон тиску, кПа	250-350;
Межі абсолютної похибки вимірювання надлишкового тиску Р в гідравлічній системі	±(0,05+0,01Р);
Електроживлення приладу має здійснюватися від мережі змінного струму напругою від 187 до 242, частотою (50±0,5) Гц;	
Потужність, Вт, не більше	100;
Габаритні розміри, мм, не більше	485×165×345;
Маса, кг, не більше	32.

Панель керування приладом наведена на рис. 13.

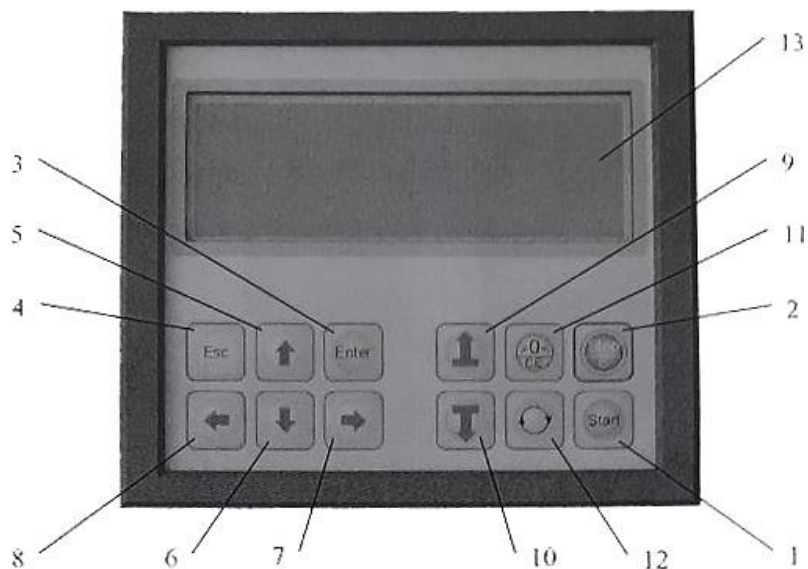














Рисунок 13 – Панель керування приладом: 1-12 – кнопки; 13 – індикатор

Кнопки виконують наступні функції:

- 1  – ввімкнення початку випробування;
- 2  – зупинка режиму роботи приладу;
- 3  – введення параметра, режиму, меню;
- 4  – вихід з будь-якого режиму, параметра, меню;
- 5  – переміщення мигаючого символу «=» на індикаторі;
- 6  – переміщення мигаючого символу «=» на індикаторі;
- 7  – збільшення значення введенного параметра;
- 8  – зменшення значення введенного параметра;
- 9  – ввімкнення приводу для збільшення тиску в гідравлічній системі (в режимі перегляду результатів вимірювань – видаляє результати вимірювань зі встановленим номером);
- 10  – ввімкнення приводу для зменшення тиску в гідравлічній системі (в режимі перегляду результатів вимірювань – видаляє результати всіх вимірювань);
- 11  – обнуління лічильника числа обертів двигуна;
- 12  – перегляд результатів вимірювань.

Структура представлення інформації на індикаторі зображена на рис.14.

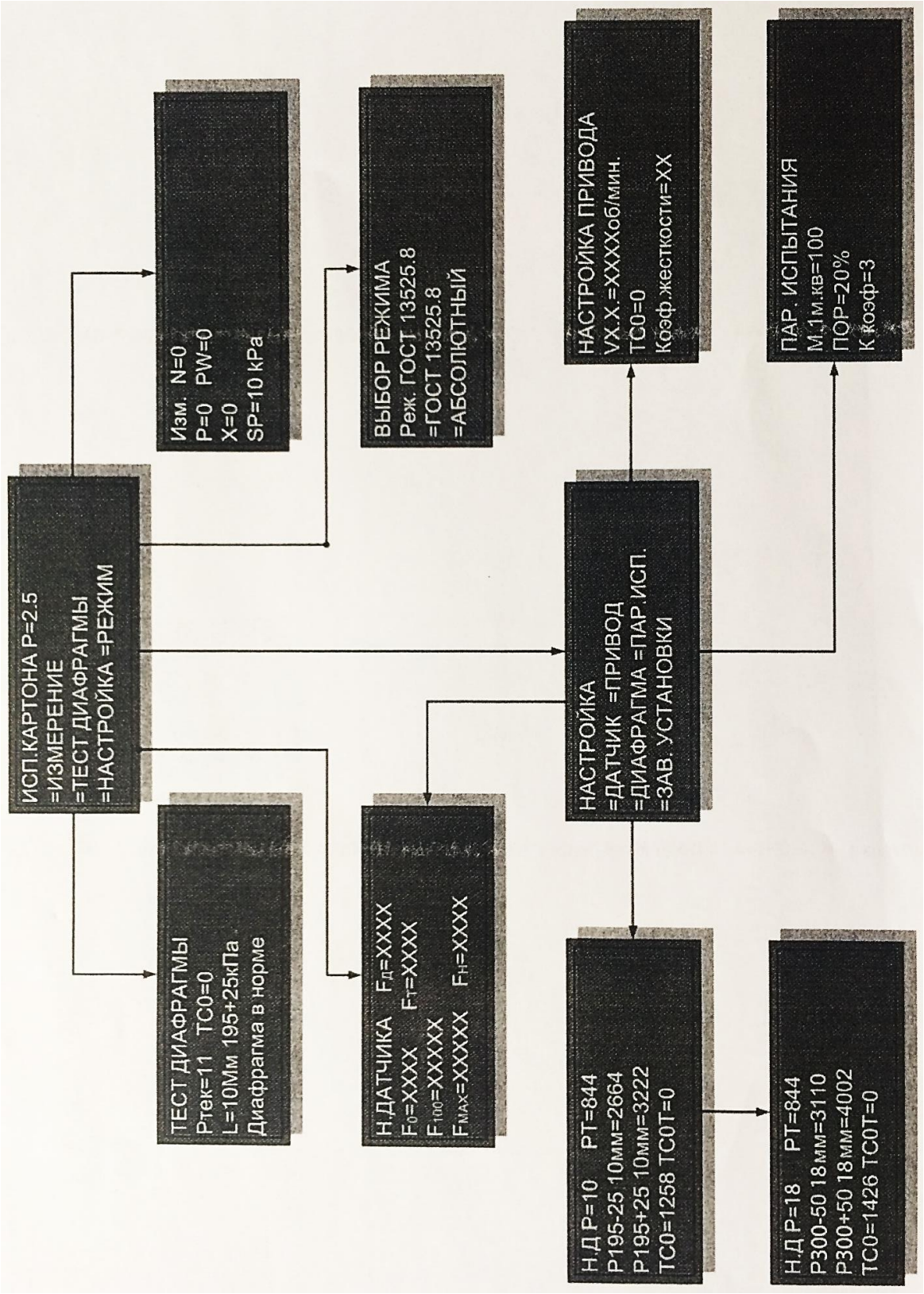





Рисунок 14 - Структура представлення інформації на індикаторі

Ввімкнення приладу

1. Ввімкнути подачу повітря до приладу і регулятором тиску встановити значення 4-6 кгс/см². Якщо регулююча рукоятка заблокована, потягніть її вгору.
2. Ввімкнути прилад за допомогою мережевого вимикача, розташованого на боковій стінці приладу, на індикаторі з'явиться інформація:



Примітка: Знак «=» біля «ИЗМЕРЕНИЕ» – мигаючий, що відповідає назві «мигаючий курсор» тут і далі по тексту.

3. Ввімкнути прилад Кнопкою  (рис. 13), перемістити мигаючий курсор на рядок «НАСТРОЙКА». Натиснути одночасно кнопки  і , на індикаторі з'явиться повідомлення:



де – ДАТЧИК – режим налаштування каналу вимірювання тиску в гідравлічній системі приладу;

ПРИВІД – режим налаштування електроприводу приладу;

ДИАФРАГМА – режим установки параметрів діафрагми;

ПАР.ЗАВД. – режим завдання параметрів випробування;

ЗАВ.УСТАНОВКИ – режим відновлення налаштувань заводу-виробника.

4. Калібрування каналу виміру тиску (ДАТЧИК)

Встановити відповідно до ри. 15 зразковий манометр поз. 1 з нагвинченим на нього перехідником поз. 2 в колонку поз. 1. Манометр повинен бути заповнений робочою гідравлічною рідиною згідно з експлуатаційною документацією на манометр.

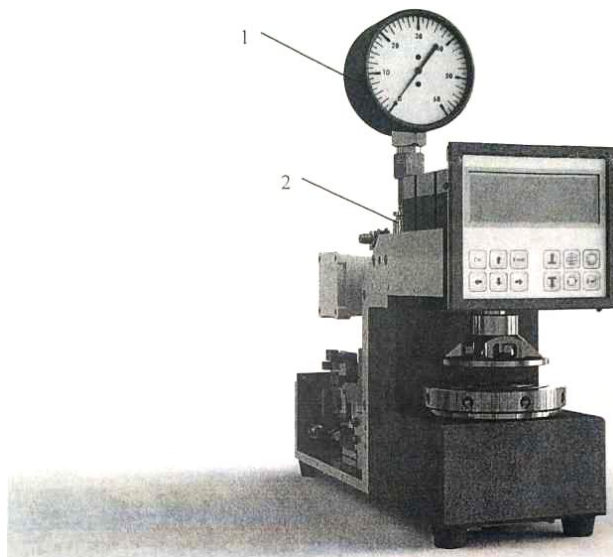


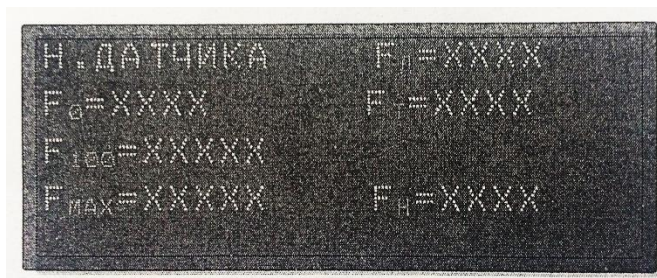


Рисунок 15 – Установка манометра зразкового:

1 – манометр зразковий; 2 – колонка

Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «ДАТЧИК». Натиснути кнопку , з'явиться повідомлення:



де – F_d – значення поточного тиску в гідравлічній системі приладу, кПа;

F_T – значення поточного тиску в гідравлічній системі приладу, в кодї;




F_0 – значення тиску в гідравлічній системі приладу рівний атмосферному тиску, в кодї (умовний нуль);

F_{100} – значення тиску в гідравлічній системі приладу, що дорівнює 1000 кПа в кодї;

F_{MAX} – значення тиску в гідравлічній системі приладу, за якого спрацьовує захист (від перевантаження), в кодї;

F_H – значення тиску в гідравлічній системі приладу, при якому починається відлік випробування, в кодї.

5. Установка F_0

Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на « F_0 ». Натиснути кнопку , тиск в гідравлічній системі почне зменшуватися, значення (кПа) біля F_d зменшується, і під час досягнення значення на індикаторі приладу $F_A=0$ електропривод зупиниться. Значення на зразковому манометрі при цьому буде також дорівнює нулю. Почекати кілька секунд і натиснути кнопку , в результаті поточне значення в коді F_T датчика тиску приладу, яке в даному випадку *відповідає* нульовому значенню, буде занесено в пам'ять приладу і воно буде відтворюватися біля F_0 .

6. Установка F_{100}

Робота виконується одночасно з виконанням п. 5. У робочий зазор приладу, згідно рисунку 16, між столиком (1) і головкою притиску пневматичного поз. 2 помістити металеву пластину поз. 3 з товщиною, що дорівнює розміру зазору (входить в комплект поставки) так, щоб перекрити отвір з діафрагмою. Додатково підтисніть пластину поз. 3 за рахунок викручування головки притиску (встановлена на різьбі).

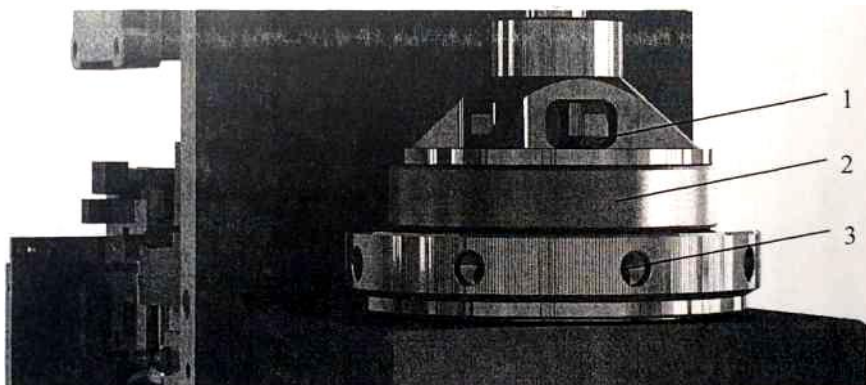






Рисунок 16 – Установка пластины в рабочий зазор приладу:

1 – головка притиску пневматичного; 2 – пластина металева; 3 – столик.





Під час створення тиску в гідросистемі приладу, діафрагма притулиться до металевої пластини, і не буде деформуватися до значень, за яких вона може зруйнуватися, що дозволить створювати великий тиск в гідросистемі приладу. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на « F_{100} ». Кнопками керування приводом  і  виставити на зразковому манометрі значення 1000 ± 5 кПа і натиснути кнопку . В результаті поточне значення в


кодi F_T датчика тиску приладу, що відповідає виставленому значенню тиску (1000 ± 5) кПа на зразковому манометрі, буде занесено в пам'ять приладу і воно буде відтворюватися біля F_{100} .

7. Установка F_{MAX}

Значення F_{MAX} встановлюється на заводі-виробнику з метою запобігання датчика тиску в гідравлічній системі приладу від руйнування. Під час експлуатації приладу установка F_{MAX} не виконується.

8. Установка F_H

Робота виконується одночасно з виконанням п. 6. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на « F_H ». Кнопками керування приводом  і  виставити на індикаторі приладу значення $F_d = (10 \pm 1)$ кПа і натиснути кнопку , в результаті поточне показання в кодi F_H датчика тиску приладу буде занесено в пам'ять приладу і воно буде відтворюватися біля F_H .

Натиснути кнопку  і виставити на індикаторі приладу значення $F_d = 0$.

Витягти зразковий манометр з колонки 1 рисунок 2.2. Вкрутити верхню головку до упору, видалити металеву пластину поз. 3, рисунок 2.3 з робочого зазору приладу.

9. Налаштування приводу

Ввімкнути прилад згідно п. 3. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «ПРИВОД». Натиснути кнопку , з'явиться повідомлення:



де: $V_{х.х.}$ – значення швидкості обертання двигуна, об/хв;

Коеф. жорсткості – значення коефіцієнта жорсткості;

ТС0 – поточне значення лічильника імпульсів датчика обертів двигуна, імпульси:

$$TC0 = n \times 8 \quad (2.1)$$

де: n – число обертів двигуна;
 8 – число імпульсів датчика на один оберт валу двигуна.

10. Налаштування швидкості обертання електродвигуна (об'ємної швидкості нагнітання робочої рідини)

Налаштування швидкості обертання $V_{х.х.}$ електродвигуна приводу проводиться з метою встановлення об'ємної швидкості нагнітання рідини під діафрагму. Підготувати пристосування для прокачування і дозаправки рідини (див. рис. 17).

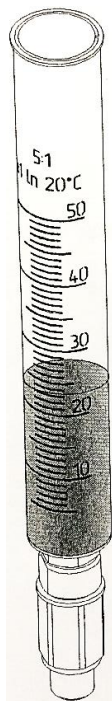


Рисунок 17 – Пристосування для прокачування і дозаправки рідини

Визначити об'ємну швидкість нагнітання рідини за визначеного рівня швидкості обертання електродвигуна. Встановити пристосування для прокачування і дозаправки рідини з тарованою в мл ємністю з об'ємом не менше 20 мл в колонку поз. 1, відповідно до рис. 18.

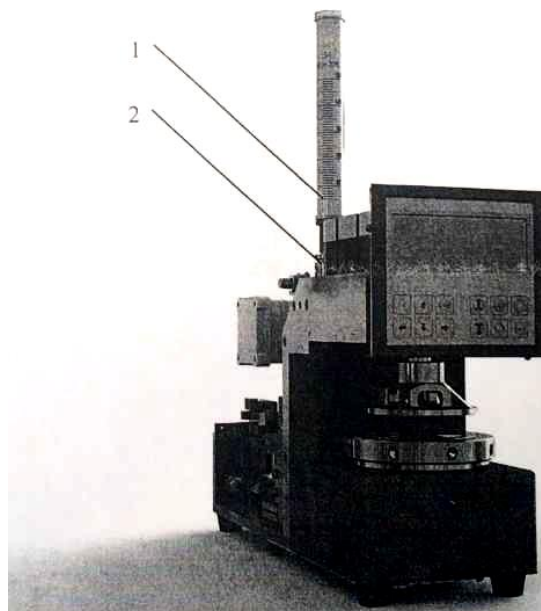


Рисунок 18 – Установка пристосування для прокачування і дозаправки рідини:
 1 – пристосування для прокачування і дозаправки рідини; 2 – колонка.

Долити робочу рідину в таровану ємність до об'єму $Q_n = (10 \pm 1)$ мл. В робочий зазор приладу, відповідно до рисунку 2.3, між столиком поз. 1 і головкою притиску пневматичного поз. 2 помістити металеву пластину поз. 3 з товщиною, що дорівнює розміру зазору (входить в комплект поставки) так, щоб перекрити отвір з діафрагмою. Додатково підтисніть пластину поз. 3 за рахунок викручування головки притиску (встановлена на різьбі). Натиснути кнопку



, в результаті чого буде обнулений лічильник імпульсів датчика обертів двигуна. На



індикаторі буде повідомлення ТСО=0. Натиснути кнопку, в гідросистемі приладу почне створюватися тиск, за цього металева пластина буде притиснута до поверхні притискного пристрою і не дасть деформуватися гумовій діафрагмі, а нагнітаюча робоча рідина буде



надходити тільки в таровану ємність. Одночасно з натисканням кнопки ввімкнути секундомір. Під час нагнітання в таровану ємність робочої рідини до об'єму $Q_k = (20 \pm 1)$ мл,



натиснути кнопку і одночасно вимкнути секундомір. Визначити час t з точністю до 0,01 с за секундоміром і значення на датчику імпульсів ТСО, яке відтворюється на індикаторі приладу.

Розрахувати об'єм нагнітаючої робочої рідини за формулою:

$$Q = \frac{N}{400} \times S \quad (2.2)$$

де Q – об'єм нагнітаючої рідини, см^3 ;
 N – значення на датчику імпульсів, число;
 S – площа поперечного перерізу гідроциліндра – $4,91 \text{ см}^2$;
 400 – число, що враховує передавальне відношення кінематичної системи електроприводу і кількість імпульсів на один оберт валу двигуна.

Розрахувати об'ємну швидкість нагнітання робочої рідини за формулою:

$$V = \frac{Q}{t} \times 60 \quad (2.3)$$


де V – об'ємна швидкість нагнітання робочої рідини, $\text{см}^3/\text{хв}$;
 t – час, визначений за секундоміром, що відповідає часу переміщення поршня гідроциліндра, с.

Об'ємна швидкість нагнітання робочої рідини може бути також розрахована за формулою:

$$V_m = \frac{Q_n - Q_k}{t} \times 60 \quad (2.4)$$

де V_m – об'ємна швидкість нагнітання робочої рідини, $\text{мл}/\text{хв}$;
 Q_n – початковий об'єм рідини в тарованій ємності, мл ;
 Q_k – кінцевий об'єм рідини в тарованій ємності, мл .



Встановити привід в початкове положення для чого натиснути на кнопку  і виставити на індикаторі приладу значення $F_d=0$.

Повторити процедуру визначення об'ємної швидкості нагнітання робочої рідини не менше 3-х разів і визначити середнє значення з кількості проведених вимірювань.


Об'ємна швидкість нагнітання рідини повинна становити (170 ± 15) см³/хв або (170 ± 15) мл/хв. Якщо вона не відповідає зазначеному значенню необхідно змінити швидкість обертання електродвигуна приводу.

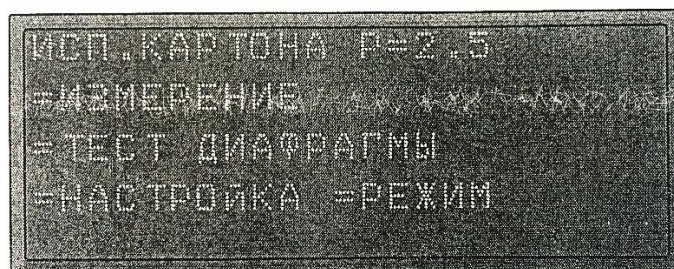
Примітка

Швидкість роботи двигуна встановлюється регулятором частоти обертання двигуна.

Повторювати вищеприписані операції до досягнення об'ємної швидкості нагнітання рідини (170 ± 15) см³/хв.



Для виходу з режиму натискати послідовно на кнопку , поки на індикаторі з'явиться повідомлення:



Видалити пристосування для прокачування і дозаправки з колонки (Рис. 18). Вкрутити верхню головку до упору, видалити металеву пластину поз. 3 із робочого зазору приладу (Рис. 16).

11. Установка параметрів випробування



Ввімкнути прилад згідно п. 3. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим



«ПАР.ИСПЫТАНИЯ». Натиснути кнопку , з'явиться повідомлення,




де М 1 м. кв. – маса 1 квадратного метра картону чи паперу, г;

ПОР – поріг руйнування, %;

К коэф. – коефіцієнт жорсткості приладу.

12. Установка значения – М 1 м. кв.



Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «М 1 м. кв.». Кнопками

 і  виставити необхідне значення і натиснути кнопку .

Даний параметр необхідний для визначення відносного опору продавлюванню (див. ГОСТ 13525.8-86).

13. Установка порогу руйнування



Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «Порог». Кнопками  і



 виставити необхідне значення. Натиснути кнопку .

Під порогом руйнування розуміється падіння тиску в гідравлічній системі приладу на встановлене значення % від максимального, за якого сталося руйнування зразка.

Заводська установка – 30 %.

14. Установка К коэф.


Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «К коэф.». Кнопками  і

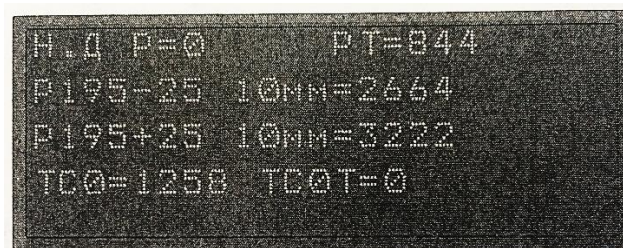
 виставити необхідне значення і натиснути кнопку .

Даний коефіцієнт є коефіцієнтом жорсткості приладу (індивідуальний для кожного приладу). Встановлюється на заводі-виробнику.

15. Установка параметров диафрагмы

Ввімкнути прилад згідно п. 3. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим

«ДИАФРАГМА» і натиснути кнопку , прилад перейде в режим установки параметрів діафрагми на висоті 10 мм і на індикаторі з'явиться повідомлення:



де – P – поточний тиск в гідравлічній системі, кПа;

P_T – поточний тиск в гідравлічній системі, одиниці АЦП;

$P_{195-25\ 10\ \text{мм}} = 2664$ – нижня межа тиску на висоті прогину діафрагми 10 мм:

– $(195-25\ \text{кПа} = 170)$, кПа;

– 10 мм = 2664 – одиниці АЦП, для більш точного визначення придатності діафрагми до роботи;

$P_{195+25\ 10\ \text{мм}} = 3222$ – верхня межа тиску на висоті прогину діафрагми 10 мм:

– $(195+25\ \text{кПа} = 220)$, кПа;

– 10 мм = 3222 – одиниці АЦП, для більш точного визначення придатності діафрагми до роботи;

$TC_0=1258$ – значення лічильника імпульсів датчика обертів двигуна, що зберігаються в ПЗУ, яке відповідає висоті прогину діафрагми 10 мм;

$TC_{OT}=0$ – поточне значення лічильника імпульсів датчика обертів двигуна.



Натиснути кнопку – **обнулити поточні показники лічильника обертів двигуна.** При цьому значення TC_{OT} стане рівним «0» (на індикаторі $TC_{OT}=0$).

Зняти головку притискного пристрою (встановлена на різьбі), відповідно до рис. 19, поз. 4.

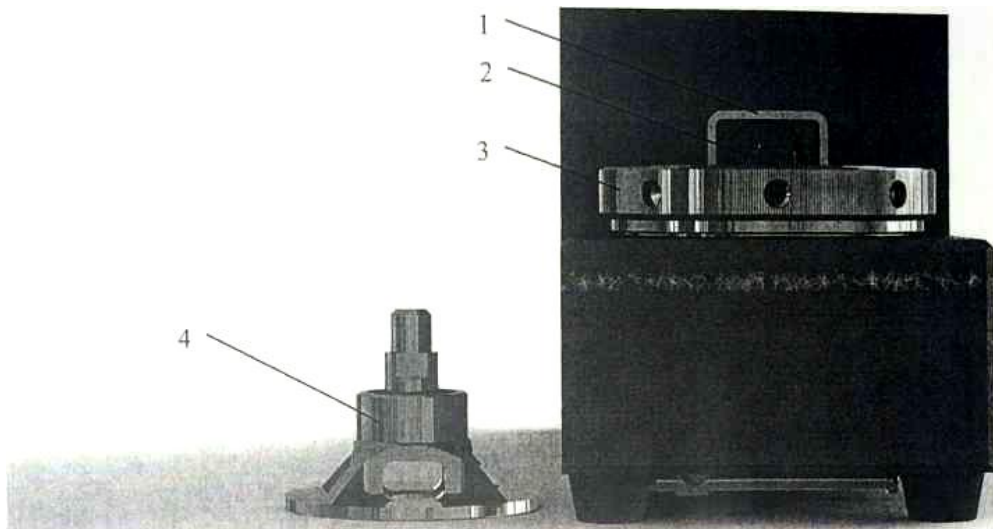



Рисунок 19 - Установка пристосування для перевірки прогину діафрагми:


1 – пристосування для перевірки прогину діафрагми; 2 – діафрагма; 3 – столик; 4 – головка притискного пристрою


Помістити пристосування для перевірки прогину діафрагми на висоті 10 мм, поз. 1 на

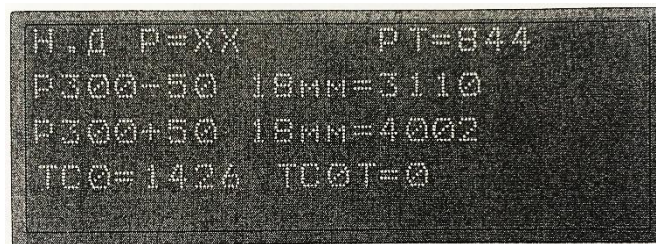


столик поз. 3 над діафрагмою поз. 2. Натиснути кнопку в гідросистемі приладу почне підвищуватися тиск, при цьому діафрагма почне прогинатися. Прогин діафрагми визначити

на просвіт по пристосуванню. За досягнення прогину діафрагми 10 мм натиснути кнопку 


, потім кнопку , при цьому показники лічильника імпульсів датчика обертів двигуна, що відповідатимуть прогину діафрагми на 10 мм, запишуться в ПЗУ.


Натиснути кнопку , при цьому прилад перейде в режим установки параметрів діафрагми на висоті 18 мм і на індикаторі з'явиться повідомлення:




Поточні показники датчика кількості обертів двигуна не обнуляти. Встановити

пристосування для перевірки прогину діафрагми на висоті 18 мм. Натиснути кнопку 

діафрагма продовжить прогинатися і за прогину на 18 мм натиснути кнопку ,

потім кнопку , при цьому показники лічильника імпульсів датчика обертів двигуна, що відповідатимуть прогину діафрагми на 18 мм, запишуться в ПЗУ.

Натиснути кнопку , тиск в гідравлічній системі почне зменшуватися і за досягнення значення $P=0$ (на індикаторі у верхньому рядку ліворуч) привід приладу зупиниться.

Для виходу з режиму «НАСТРОЙКА» натиснути кнопку .



УВАГА!!! КАТЕГОРИЧНО ЗАБОРОНЯЄТЬСЯ ПРОВОДИТИ ЯКІ-НЕБУДЬ МАНІПУЛЯЦІЇ У ЗОНІ ВИПРОБУВАННЯ ПРИЛАДУ, У ПІДКЛЮЧЕНОМУ СТАНІ ДО ПНЕВМАТИЧНОЇ МЕРЕЖІ. ЦЕ МОЖЕ ПРИЗВЕСТИ ДО ТРАВМУВАННЯ ОБСЛУГОВУЮЧОГО ПЕРСОНАЛУ!


16. Тест діафрагми

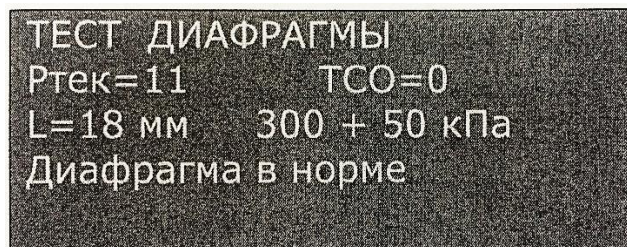
Тест діафрагми проводиться з метою перевірки відповідності діафрагми вимогам стандартів зазначеними в п. 1.1.1.1 під час заміни діафрагми або якщо у персоналу з'явилися сумніви у вірності показників приладу.

Ввімкнути прилад згідно п. 1. Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим

«ТЕСТ ДИАФРАГМЫ» і натиснути кнопку , з'явиться повідомлення:



Натиснути кнопку . Прилад здійснює перевірку на 10 мм, потім переходить до перевірки на 18 мм.



Якщо тест пройдено успішно, з'явиться повідомлення «Диафрагма в норме».

Якщо тест не пройдено, з'явиться повідомлення «Брак диафрагмы».

Виявлення діафрагми, яка не відповідає вимогам стандарту не блокує роботу приладу. Рішення про заміну діафрагми або її подальше використання приймає оператор.

17. Підготовка зразків

Кількість, розміри, вимоги до зразків і способи підготовки зразків визначені в стандартах, що регламентують вимоги до методів випробувань, зазначених у п. 1.

Підготовка приладу до випробування

Ввімкнути прилад згідно п. 3. Переконайтеся, що введені всі необхідні параметри і проведені необхідні налаштування.

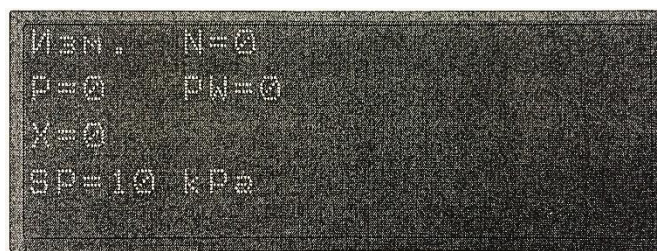
Випробування зразків



Кнопкою , перемістити мигаючий курсор на режим «ИЗМЕРЕНИЕ» і натиснути



кнопку , з'явиться повідомлення:



де N – поточний номер вимірювання;

P – середнє значення абсолютного опору продавлюванню з кількості зразків підданих випробуванню, кПа;


PW – середнє значення відносного опору продавлюванню з кількості зразків підданих випробуванню, кПа;

X – середнє значення індексу продавлюванню з кількості зразків підданих випробуванню, кПа/г;


SP – поточне значення тиску в процесі випробування, а в кінці випробування максимальне значення тиску за якого відбулося руйнування зразка, кПа.

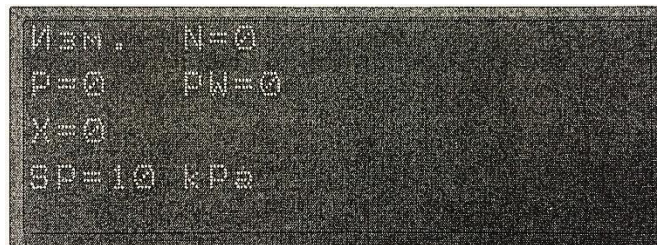
Необхідно почекати дві секунди, поки прилад зробить початкову установку.





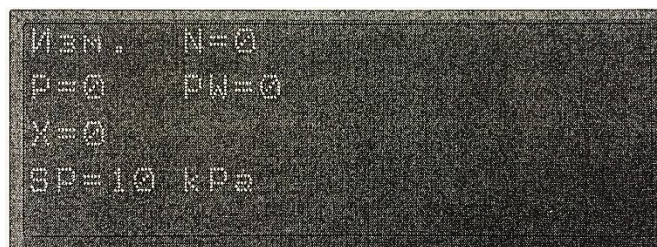
Встановити в робочий зазор приладу випробуваний зразок. Натиснути кнопку . Притискний пристрій притисне зразок матеріалу до столика і після створення заданого зусилля притиску почнеться створення тиску в гідравлічній системі приладу, значення якого відтворюється в рядку $SP=$... Після руйнування зразка, тиск в гідравлічній системі приладу автоматично повернеться до нульового значення. На індикаторі в рядку SP відтворюється максимальне значення тиску, за якого сталося руйнування зразка, в інших

рядках відтворюються середні значення відповідно до наведеного рисунку. Притискний пристрій автоматично підніметься і звільнить зразок. Видалити зразок з робочого зазору приладу. Встановити наступний зразок і продовжити випробування, виконуючи вищеописані операції.

У ПЗУ приладу можуть зберігатися результати випробувань десяти зразків. Для переходу до випробувань наступної партії зразків необхідно видалити результати проведених випробувань, для чого натиснути кнопку , з'явиться повідомлення:



Натиснути кнопку , результати всіх вимірювань будуть видалені, в рядках всіх значень будуть відтворюватись нулі. Натиснути кнопку , на індикаторі з'явиться повідомлення:




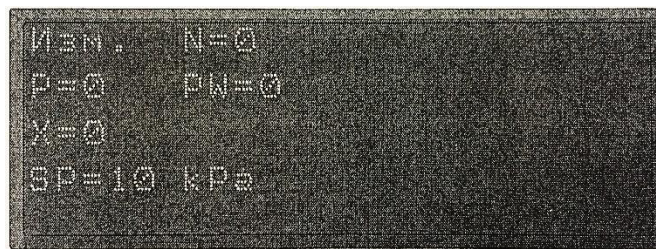
Прилад готовий для проведення випробувань наступної партії зразків.

18. Обробка результатів випробувань


Розрахунок параметрів здійснюється автоматично в процесі випробувань відповідно до залежностей, викладених в розділі 5 ГОСТ 13525.8-86.


Перегляд результатів випробувань

Результати 10 випробувань зберігаються в ОЗУ. Їх можна переглядати для чого натиснути кнопку , з'явиться повідомлення:



де $N=...$ – номер обраного вимірювання;
 $P_0=...$ – абсолютний опір продавлюванню (середнє значення), кПа;
 $PW=...$ – відносний опір продавлюванню (середнє значення), кПа;
 $X=...$ – індекс продавлюванню (середнє значення), кПа/г;
 $SP=...$ – поточне максимальне значення тиску за якого відбулося руйнування зразка, кПа.

У рядку N відтворюється номер №=1 зразка, а в рядку $SP=...$ максимальне значення тиску за якого сталося руйнування поточного зразка, кПа. В інших рядках відтворюються середні значення відповідно до рисунку. Натиснути кнопку , в рядку N відтворюється наступний номер зразка №=2, в інших рядках значення аналогічно вищеописаному.

Якщо необхідно видалити поточні результати вимірювань зразка з встановленим номером, натиснути кнопку , при цьому середні значення будуть перераховані з урахуванням кількості зразків, які залишилися.

19. Вимкнення приладу

Вимкнення електроживлення приладу може виконуватись з будь-якого режиму роботи за допомогою мережевого вимикача, розташованого на боковій стінці приладу. Вимкнути подачу повітря до приладу.

Результати вимірювань в пам'яті приладу після його вимкнення не зберігаються.

20. Умови роботи приладу

Прилад повинен експлуатуватись у вибухобезпечних приміщеннях.

Прилад призначений для цілодобового використання в умовах лабораторій підприємств, що експлуатують прилад. Вид кліматичного виконання приладу – УХЛ категорії 4.2 за ГОСТ 15150.

Після ввімкнення приладу не потрібно прогрів для початку вимірювання.

Для збереження ресурсу роботи приладу, рекомендується його вимикати, якщо вимірювання не будуть проводитися протягом найближчих 30 хвилин.

6.4.5 Визначення опору роздиранню за ДСТУ 3368-96 (ISO 1974-90)

Опір целюлози роздиранню — це середнє значення зусилля, яке необхідне для роздирання попередньо надрізаного зразка **целюлози**, вираженого у міліньютонках (мН).

Відбір проб проводиться за ДСТУ 2185.

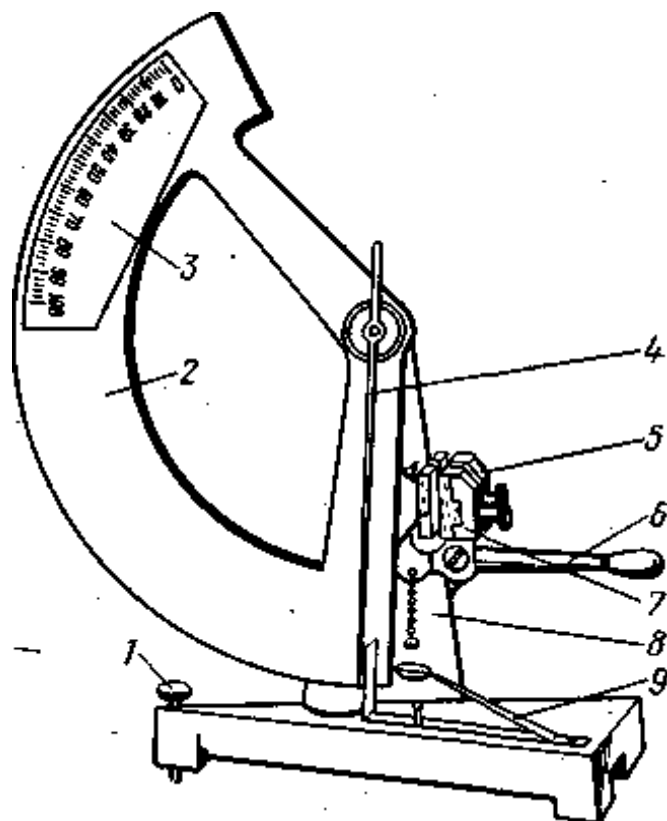


Рисунок 20 - Апарат Р-1

маятник піднімається по інший бік вертикалі на меншу висоту. Різниця у висоті підняття маятника буде вказувати на зусилля, необхідне для роздирання **целюлози**.

Отже сутність методу ґрунтується на визначенні зусилля, необхідного для роздирання певної довжини попередньо надрізаного випробовуваного зразка, що складається зі складених чотирьох зразків, за допомогою маятника, який створює це зусилля під час переміщення його перпендикулярно площині випробовуваного зразка. Робота, яка здійснюється під час роздирання зразка, вимірюється затраченою потенційною енергією маятника.

На станині (8) укріплений нерухомий затискач (5) для випробовуваного зразка і хитний на кулькових підшипниках сегмент (2) із другим рухливим затискачем (7). На сегменті укріплена шкала (3) з поділками в грамах чи у ньютонках. Шкала на сегменті займає

Опір роздиранню визначається на приладі Р-1 (типу Ельмендорфа), чи РБ (рис. 20). Дія приладу ґрунтується на принципі падаючого маятника.

Апарат Р-1 складається з маятника, що коливається, у формі сегмента і встановленого в кулькових підшипниках на горизонтальній осі. Коли маятник піднятий на певну висоту, він має деякий запас потенційної енергії, що дорівнює добутку висоти підняття на масу маятника.

Якщо розмах маятника затримати будь-яким чином, наприклад силою, потрібною для роздирання целюлози,

приблизно 50^0 його дуги. На осі встановлено кільце зі стрілкою (4). Перед випробуванням маятник знаходиться в піднятому стані й утримується в цьому положенні гальмівною пружиною (9), що слугує одночасно і для гальмування маятника після розриву випробовуваного зразка. На станині укріплений ніж (6) для надрізання випробуваних зразків.

Хід виконання роботи

Перед випробуванням перевіряють нульове положення апарата. Для цього звільняють сегмент натисканням гальмівної пружини і, не відпускаючи її, перевіряють, чи збігається червона риска, нанесена посередині маятника, із краєм гальмівної пружини. Якщо збігу немає, то домагаються його за допомогою урівнювального гвинта (1). Потім заводять сегмент уліво до упору його краю в гальмівну пружину і ставлять стрілку у вертикальне положення. Натискають гальмівну пружину, звільняючи сегмент, і він робить коливальний рух (2 – 3 хитання), після чого цей сегмент пригальмовують пружиною. Якщо апарат установлений правильно, то стрілка повинна показувати «0» на шкалі, якщо ж ні, то за допомогою урівнювального гвинта (1) апарат встановлюють так, щоб при новому хитанні сегмента одержати на шкалі нульове показання стрілки.

Перевіривши нульове положення апарата, заводять сегмент вліво до зупинки, тоді обидва затискачі будуть знаходитися поряд (проміжок між ними приблизно 2 – 3 мм), а щілини їх будуть розташовані на одній лінії. Вставляють у затискачі зразки паперу. *Дозволяються розміри зразків шириною $60,0 \pm 0,5$ мм і довжиною $75,0 \pm 1,0$ мм.*

Вставлені зразки надрізають ножем. Останній повинен бути встановлений так, щоб після надрізання зразка довжина частини, що роздирається, складала $43 \pm 0,5$ мм. Потім натисканням на гальмівну пружину відпускають маятник, який під час падіння роздирає смужки. Після 2 – 3 хитань маятника його гальмують за допомогою гальмівної пружини і після повної зупинки маятника відраховують показання стрілки на шкалі приладу. Обривки целюлози з рухливого затискача викидають, а смужки зразків пересувають у затискачах для наступного випробування. Число зразків, що піддаються одночасному випробуванню, встановлюється для окремих видів целюлози в залежності від його міцності, а також від типу приладу.

Визначення опору роздиранню проводять не менше 5-ти разів.

Оброблення експериментальних даних

Опір целюлози роздиранню E , (мН) обчислюють за формулою:

$$E = \frac{F \cdot P}{n},$$

де F – середнє арифметичне показань за шкалою приладу; мН;

P – ціна поділки шкали приладу, мН (гс);

n – кількість зразків, що роздираються одночасно.

Відносний опір целюлози роздиранню (E_0 , мН), приведений до маси целюлози площею 1 м² 100 г, обчислюють за формулою:

$$E_0 = \frac{E \cdot 100}{M},$$

де M – маса 1 м² целюлози, г.

Результат обчислення округляють до 10 мН (1 гс) за опору роздиранню до 1000 мН (100 гс) і 50 мН (5 гс) за опору роздиранню вище 1000 мН (100 гс).

ЗМІСТ

	ВСТУП	3
РОЗДІЛ 4	ОРГАНОСОЛЬВЕНТНИЙ СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЦЕЛЮЛОЗИ	4
4.1	Загальна схема виробництва	4
4.2	Розчинники для органосольвентних способів	6
4.3	Проведення окисно-органосольвентного варіння в лабораторних умовах	7
	Аналіз вихідних хімікатів для приготування варильних розчинів. Приготування і аналіз розчинів	8
	<i>Визначення масової частки гідроген пероксиду</i>	8
	<i>Визначення масової частки ацетатної кислоти</i>	8
	<i>Отримання рівноважної пероксоацетатної кислоти (ПАК)</i>	9
	<i>Аналіз рівноважної пероксоацетатної кислоти</i>	10
	Загальні правила та умови проведення лабораторного варіння	12
	Розрахунок витрати ПАК для одержання целюлози	13
РОЗДІЛ 5	АНАЛІЗ ТЕХНІЧНОЇ ЦЕЛЮЛОЗИ	15
5.1	Визначення вологості технічної целюлози	15
5.2	Визначення рівномірності проварювання целюлози	16
5.3	Визначення масової долі лігніну	17
5.4	Визначення вмісту α -целюлози	18
5.5	Визначення вмісту β - і γ - целюлози	19
5.6	Визначення вмісту геміцелюлоз	20
5.7	Визначення набухання целюлози	21
5.8	Визначення білості целюлози	22
РОЗДІЛ 6	ПІДГОТОВКА ПРОБ ТА ФІЗИЧНО-МЕХАНІЧНІ ПОКАЗНИКИ ВОЛОКНИСТИХ НАПІВФАБРИКАТІВ	23
6.1	Розмелювання волокнистих напівфабрикатів	23
6.2	Визначення ступеня млива	26
6.3	Виготовлення відливок целюлози	27
6.4	Підготовка зразків целюлозних відливок до фізико-механічних випробувань	30

6.4.1	Визначення маси 1 м², товщини і щільності целюлозних відливоч	31
	Маса 1м² напівфабрикатів	31
	Товщина целюлозного відливка	31
	Щільність	32
6.4.2	Визначення міцності на розрив	33
6.4.3	Визначення міцності на злом під час багаторазових перегинів	36
6.4.4	Визначення опору продавлюванню	38
6.4.5	Визначення опору роздиранню	56
	ЗМІСТ	45
	СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	61

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Технология целлюлозно-бумажного производства: Справочные материалы. – СПб.: Политехника, 2002 – 2004. Т.1 (Ч. 1, 2, 3).
2. Барбаш В.А., Дейкун І.М. Хімія рослинних полімерів. Навч. Посібник. Під ред.. В.А. Барбаша.- 2-ге вид., перероб. і доповн. – Київ, Каравела, 2018. – 440 с.
3. Диагностические признаки недревесных растительных и химических волокон / Под ред. Н.П. Зотовой-Спановской. - М.: Лесн. промышленность, 1981. – 119 с.
4. Лабораторный практикум по целлюлозно-бумажному производству. Примаков С.Ф., Миловзоров В.П., Кухникова М.С., Царенко И.М. М.: Лесн. промышленность, 1980. – 168с.
5. Химия растительного сырья: Вураско А.В., Минакова А.Р., Жвирблите А.К., Блинова И.А. учеб. пособие. Екатеринбург:Урал. гос. лесотехн. ун-т, 2013. – 90 с.
6. Примаков С.П., Барбаш В.А., Черьопкіна Р.І. Виробництво сульфітної та органосольвентної целюлози: навч. посіб. – Київ: ЕКМО, 2009. – 280 с.
7. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт та контрольних завдань з дисципліни «Технологія целюлози» / Примаков С. П., Антоненко Л. П., Барбаш В. А., Дейкун І. М., Черьопкіна Р. І. – К.: КПІ, 2003. – 72 с.
8. Оболенская А.В., Ельницкая З.П., Леонович А.А. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы. Учебное пособие для вузов. – М.: Экология, 1991. – 320 с.
9. Новикова А.И. Производство волокнистых полуфабрикатов: учебное пособие/СПбГТУРП. СПб., 2003. – 195 с.